

# Komplexe Röntgendiffraktometrie an Dünnschichtsystemen

Zur Erlangung des akademischen Grades  
Diplom-Physiker



TECHNISCHE UNIVERSITÄT  
CHEMNITZ

Fakultät für Naturwissenschaften  
Professur Röntgen- und Neutronendiffraktometrie

## Diplomarbeit

vorgelegt von

**Marcus Mildner**

geboren am 9. August 1977 in Arolsen

Betreuer: Prof. Dr. rer. nat. habil. W. Hoyer

Eingereicht am: 25. Januar 2005



## Häufig verwendete Symbole und Abkürzungen

$G$	Reziproker Gitterpunkt
$\underline{b}$	Vektor des reziproken Raums
$\underline{a}$	Vektor des Realraums
$\delta_{ij}$	KRONECKER-Symbol
$\underline{k}$	Wellenvektor
$\underline{\Delta k}$	Streuvektor
$\lambda$	Wellenlänge
$d$	Netzebenenabstand
$a$	Gitterkonstante
$d$	Schichtdicke
$S_d$	Grenzschichtdicke
$\rho^{\text{el}}$	Elektronendichte
$I_0, I_{\text{Max}}, I_{\text{int}}$	Ausgangs-, Maximal- und integrale Intensität
$\beta$	Integrale Breite
$H$	Halbwertsbreite
$D$	Korngröße
$\varepsilon$	Dehnung
$\tau$	Grad der Texturierung
XRD	Röntgendiffraktometrie ( <b>X-Ray Diffraction</b> )
XRR	Röntgenreflektometrie ( <b>X-Ray Reflection</b> )
TEM	<b>T</b> ransmissions- <b>E</b> lektronen- <b>M</b> ikroskopie
REM	<b>R</b> aster- <b>E</b> lektronen- <b>M</b> ikroskopie
MBE	Molekularstrahlepitaxie ( <b>M</b> olekular <b>B</b> eam <b>E</b> pitaxie)
$\text{NiSiAl}$	Ternäres Silizid mit Aluminium ( $\text{NiSi}_{2-x}\text{Al}_x$ )
$\text{NiSiGa}$	Ternäres Silizid mit Gallium ( $\text{NiSi}_{2-x}\text{Ga}_x$ )
$2\theta$	Ausfallswinkel der Röntgenstrahlen
cps	Intensitätseinheit ( <b>C</b> ounts <b>p</b> er <b>S</b> econd)

## Inhaltsverzeichnis

<b>1. Einleitung .....</b>	<b>6</b>
<b>2. Theoretische Grundlagen .....</b>	<b>7</b>
2.1. Die Röntgenstrahlen .....	7
2.2. Beugung von Röntgenstrahlen .....	7
2.3. Absorptionskoeffizient .....	10
2.4. BRAGG-Gleichung .....	10
2.5. Intensität .....	11
2.5.1. Strukturfaktor .....	12
2.5.2. Atomformfaktor $f_c$ .....	12
2.5.3. Temperaturfaktor .....	12
2.5.4. Flächenhäufigkeitsfaktor .....	13
2.5.5. LP-Faktor .....	14
2.6. Reflektometrie .....	14
2.6.1. Totalreflexion .....	15
2.6.2. Interferenzeffekte und Grenzflächenrauigkeit .....	16
2.6.3. Korrektur .....	17
2.6.4. Verwendete Software .....	20
2.7. Reflexprofilanalyse .....	22
2.7.1. Apparative Effekte .....	23
2.7.2. Parameter der Reflexprofilanalyse .....	23
2.7.3. SCHERRER-Verfahren .....	24
2.7.4. LANGFORD/DE KEIJSER-Verfahren .....	25
2.7.5. WILLIAMSON-HALL-Verfahren .....	27
2.8. Grad der Texturierung .....	28
2.9. Spannungsanalyse .....	29
2.10. Rockingkurve .....	30
<b>3. Experimentelle Details .....</b>	<b>31</b>
3.1. Verwendete Geräte .....	31
3.2. Diffraktometer .....	32
3.2.1. Änderung der Grundkonfiguration .....	33
3.2.2. Justage des Channel-Cut .....	34
3.3. Intensitätsvergleich .....	36
3.4. Untersuchungen zur Reflektometrie .....	37
3.4.1. Vergleich der Korrekturmethode .....	37
3.4.2. Einfluss der Probengröße .....	38
3.5. Messfehlerbestimmung .....	40
3.6. Probenpräparation .....	41
3.6.1. Nickeldisilizid .....	41

3.6.2.	Probenherstellung .....	43
3.6.3.	Aluminium-haltiges Nickeldisilizid.....	44
3.6.4.	Gallium-angereichertes Nickeldisilizid .....	45
<b>4.</b>	<b>Darstellung und Auswertung der Messergebnisse .....</b>	<b>48</b>
4.1.	<i>XRD-Messungen an <math>\text{NiSi}_{2-x}\text{Al}_x</math>-Proben</i> .....	48
4.1.1.	Referenzprobe (CH 564 3/3) .....	48
4.1.2.	Bei 900°C getemperte Probe: $\text{NiSi}_{1,5}\text{Al}_{0,5}$ (CH 570 3/3) .....	50
4.1.3.	Bei 900°C getemperte Probe: $\text{NiSi}_{1,75}\text{Al}_{0,25}$ (CH 579 1/3).....	52
4.1.4.	Bei 900°C getemperte Probe: $\text{NiSi}_{1,83}\text{Al}_{0,17}$ (CH 580 3/3).....	53
4.1.5.	Bei 900°C getemperte Probe: $\text{NiSi}_{1,9}\text{Al}_{0,1}$ (CH 581 3/3) .....	54
4.1.6.	Bei 900°C getemperte Probe: $\text{NiSiAl}$ (CH 596 3/2).....	54
4.1.7.	Bei 900°C getemperte Probe: $\text{NiSi}_{1,67}\text{Al}_{0,33}$ (CH 597 3/2).....	55
4.1.8.	Bei 900°C getemperte Probe: $\text{NiSi}_{1,33}\text{Al}_{0,67}$ (CH 598 3/2).....	55
4.2.	<i>XRR-Messung von <math>\text{NiSi}_{2-x}\text{Al}_x</math></i> .....	56
4.3.	<i>Einfluss der Temperung von Nickel-Aluminium-Mischschichten</i> .....	58
4.4.	<i>Gallium-haltiges <math>\text{NiSi}_2</math></i> .....	60
4.4.1.	Variation der Nickel-Gallium-Mischschichten (Serie III) .....	60
4.4.2.	Temperaturvariation bei der Temperung (Serie IV) .....	62
4.4.3.	Variation der Nickel-Gallium-Silizium-Mischschichten (Serie V) .....	64
4.5.	<i>Geheizter Silizium-Wafer</i> .....	66
4.5.1.	Temperaturvariation des Silizium-Substrates (Serie VI) .....	66
4.5.2.	Variation der Nickel-Gallium-Silizium-Abscheidung (Serie VII).....	68
4.6.	<i>Proben mit Template-Herstellung (Serie VIII)</i> .....	69
4.7.	<i>Profilanalyse</i> .....	72
4.8.	<i>Auswertung der Rockingkurve</i> .....	74
<b>5.</b>	<b>Diskussion der Ergebnisse.....</b>	<b>76</b>
5.1.	<i>Rotationsmessungen</i> .....	76
5.2.	<i>Auswirkungen der ternären Komponente</i> .....	77
5.3.	<i>Einfluss der Temperatur während einer Temperung</i> .....	80
5.4.	<i>Einfluss des Mischungsverhältnisses</i> .....	81
5.5.	<i>Korngröße und Dehnung</i> .....	82
<b>6.</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick.....</b>	<b>85</b>
6.1.	<i>Zusammenfassung der Ergebnisse</i> .....	85
6.2.	<i>Ausblick</i> .....	87
<b>7.</b>	<b>Referenzen .....</b>	<b>88</b>
<b>Anhang .....</b>		<b>90</b>
	<i>Abbildungsverzeichnis</i> .....	90
	<i>Tabellenverzeichnis</i> .....	91
<b>Danksagung.....</b>		<b>92</b>
<b>Eidesstattliche Erklärung .....</b>		<b>93</b>

## 1. Einleitung

Aktuelle Entwicklungen in der Mikroelektronik deuten an, dass die Gültigkeit von MOORES Gesetz der Verdoppelung der Transistordichte im Achtzehnmonatstakt nicht mehr gegeben ist. Deshalb muss nach neuen Möglichkeiten zur Leistungserhöhung von elektronischen Schaltungen gesucht werden. Die Transistordichte stößt mittlerweile an die Grenzen, die durch die Quantenmechanik bestimmt werden. Die Quanteneffekte lassen Leckströme auftreten, welche es unmöglich machen, die Transistoren noch kleiner zu gestalten. Eine Möglichkeit, die Rechenleistung unabhängig von der Transistordichte weiter zu erhöhen, wäre, die dritte Dimension zu nutzen. Bis jetzt wurden die Transistoren nur in der Ebene nebeneinander hergestellt, könnte man sie auch stapeln, so könnte die Rechenleistung verdoppelt oder verdreifacht werden, wenn man einfach ein oder zwei weitere Transistorebenen übereinander legt.

Hierbei tritt allerdings ein Problem auf. Die Herstellung der Transistorchips erfolgt in einkristallinem Silizium. Damit nach dem Bearbeiten eine weitere einkristalline Siliziumschicht aufgetragen werden kann, ist es wichtig, dass die aufgetragenen oder dotierten Verbindungen die Kristallstruktur des Siliziums übernehmen und an die nächste Schicht weitergeben. Daher ist es wichtig, gitterangepasste Strukturen auf einen Silizium-Wafer aufwachsen zu können. Im Volumenmaterial ist eine Gitterkonstantenvergrößerung von Nickeldisilizid auf den Wert von Silizium erstmals 2003 Richter [Ric03, 1] unter Zuhilfenahme von ternären Verbindungen gelungen. In der Professur Oberflächen- und Grenzflächenphysik an der TU Chemnitz wird versucht, dies ebenfalls an Dünnschichtsystemen zu erreichen.

Ziel dieser Arbeit ist es, die in der Professur Oberflächen- und Grenzflächenphysik hergestellten Schichtsysteme strukturell zu charakterisieren. Mit Hilfe der Röntgendiffraktometrie (XRD) ist es möglich, die Phasen und die Orientierung der aufgewachsenen Schicht zu bestimmen. Mit einem weiteren Verfahren, der Röntgenreflektometrie (XRR), lassen sich Aussagen über die Schichtqualität treffen. Durch die Kombination dieser Methoden erhält man detaillierte Auskünfte über die Proben.

## 2. Theoretische Grundlagen

### 2.1. Die Röntgenstrahlen

Röntgenstrahlen sind elektromagnetische Wellen, deren Wellenlänge im Bereich von  $\lambda = (10^{-8} \dots 10^{-13}) \text{ m}$  liegt. Ihre Entdeckung durch Wilhelm Conrad Röntgen geht auf das Jahr 1895 zurück. Heute werden Röntgenstrahlen vor allem zu medizinischen Untersuchungen und zur Untersuchung der Struktur von kondensierten Stoffen verwendet.

Röntgenstrahlen entstehen bei zwei verschiedenen physikalischen Vorgängen im Atom. Zum einen entsteht das kontinuierliche Spektrum, wenn ein schnell fliegendes Elektron in der Nähe eines Atomkerns von dessen elektrischem Feld abgelenkt bzw. abgebremst wird und dabei Röntgenstrahlen abgibt. Aus diesem Grund wird das Spektrum auch Bremsspektrum genannt. Auf der anderen Seite gibt es die charakteristische Röntgenstrahlung. Sie ist so benannt, da sie für jedes Element unterschiedliche charakteristische Wellenlängen besitzt. Wenn ein beschleunigtes Elektron einen Teil seiner Energie an ein gebundenes Elektron abgibt und das Atom anregt bzw. ionisiert, so entsteht bei der Relaxierung die charakteristische Röntgenstrahlung. Bei einer Röntgenröhre wird häufig die Strahlung genutzt, die bei dem Übergang von der L- zur K-Schale entsteht, da diese Strahlung die höchste Intensität besitzt [Kri94, 2].

### 2.2. Beugung von Röntgenstrahlen

Zur Beschreibung von Beugungseffekten an einem Kristallgitter wurde das reziproke Gitter eingeführt, da man das Beugungsbild eines Kristalls als eine Darstellung dieses Gitters betrachten kann. Punkte in dem reziproken Gitter, welche im Realraum Streuzentren entsprechen, können beschrieben werden durch

$$\underline{G} = v_1 \underline{b}_1 + v_2 \underline{b}_2 + v_3 \underline{b}_3 \quad (2-1)$$

Hierbei sind  $v_i$  Ganze Zahlen.

Die Vektoren des reziproken Gitters  $\underline{b}_i$  sind mit den Vektoren des Realraumes  $\underline{a}_i$  verknüpft über

$$\underline{b}_i \cdot \underline{a}_j = 2\pi \delta_{ij} \quad (2-2)$$

Nimmt man an, dass  $\underline{k}$  der Wellenvektor mit  $|\underline{k}| = \frac{2\pi}{\lambda}$  der einfallenden Welle und  $\underline{k}'$  der Wellenvektor der gestreuten Welle ist, so kann man den Streuvektor  $\underline{\Delta k}$  einführen.

$$\underline{k} + \underline{\Delta k} = \underline{k}' \quad (2-3)$$

Der Streuvektor beschreibt also die Änderung des Wellenvektors beim Streuvorgang. Durch die einfallende elektromagnetische Welle werden die Elektronen im Atom zu Schwingungen angeregt, dass heißt, die Elektronenhülle des Atoms tritt als Streuer auf. Die einfallende ebene Welle besitzt die Form

$$E = E_0 \exp(i(\underline{k}\underline{r} - \omega t)) \quad (2-4)$$

Die Streuwelle lässt sich in FRAUNHOFER-Näherung in der Form

$$E = E_0 \exp(i(\omega t - \underline{k}'\underline{r})) \exp(i \underline{\Delta k} \underline{r}) \quad (2-5)$$

schreiben. Diese Näherung gilt in einem hinreichend großen Abstand zum Streupunkt, welcher im Falle der Diffraktometrie durch die Entfernung des Detektors zur Probe gegeben ist. Der in der Formel auftretende Term  $\exp(i \underline{\Delta k} \underline{r})$  wird Phasenfaktor genannt. Wenn  $\underline{\Delta k} \underline{r}$  gleich einem ganzzahligen Vielfachen von  $2\pi$  entspricht, überlagern sich die Streuwellen konstruktiv. In Kristallen entsteht eine BRAGG-Reflexion, eine sich nicht auslöschende Interferenz an Streupunkten des Kristallgitters, für die gilt

$$\underline{\Delta k} = \underline{G} \quad (2-6)$$

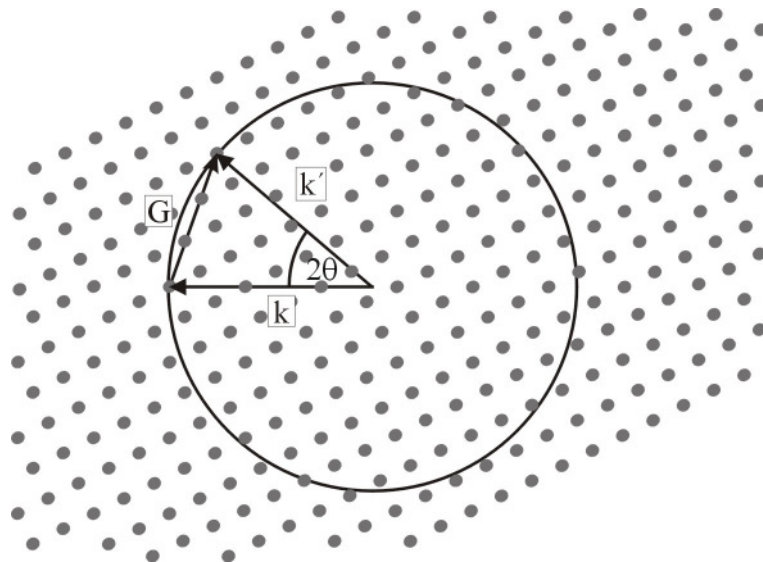
Aus dem Phasenfaktor und aus der Zerlegung der Gleichungen (2-1) nach dem Einsetzen von



(2-2) und (2-6) erhält man die LAUE-Gleichungen

$$\underline{a}_j \underline{\Delta k} = 2\pi \cdot v_j \quad (2-7)$$

Die mit  $v_i$  gekennzeichneten ganzen Zahlen werden LAUEindizes genannt. Da nun  $\Delta k$  für alle drei Gleichungen erfüllt sein muss, ist dies eine sehr scharfe Bedingung für das Zustandekommen einer Reflexion. Eine vereinfachte Darstellung dieser Bedingungen kann über die EWALDKonstruktion erfolgen (Abbildung 2-1). Die Punkte stellen das reziproke Gitter dar.



**Abbildung 2-1: EWALDKonstruktion**

Der einfallende Wellenvektor muss für eine Beugung an einem Gitterpunkt enden. Wenn die EWALDKugel mit dem Radius  $|k|$  und dem Mittelpunkt im Ursprung von  $\underline{k}$  einen weiteren Gitterpunkt des reziproken Gitters mit dem Gittervektor  $\underline{G}$  schneidet, so erhält man den ausfallenden Wellenvektor  $\underline{k}'$ . Die genauen Herleitungen können nachgelesen werden in [Wei79, 3], [Kit89, 4] und [Lif99, 5].

### 2.3. Absorptionskoeffizient

Beim Eindringen in die Materie sind verschiedene Wechselwirkungen der Röntgenstrahlen mit dem Atom möglich. Es gibt zwei Gruppen von Streueffekten. Zu der ersten Gruppe, den unelastischen Streueffekten, gehören unter anderem der AUGER-Effekt, der Photoeffekt und der COMPTON-Effekt. Die zweite Gruppe umfasst die elastische Streuung, welche die Grundlage der Diffraktometrie bildet. Hier regt die Röntgenstrahlung die Atomhülle an, welche beim Relaxieren wieder ein Röntgenquant gleicher Energie abgibt. Diese nur in der Richtung beeinflusste Strahlung wird zum Messen verwendet. Die anderen Effekte lassen sich durch das Schwächungsgesetz zusammenfassen.

$$I = I_0 \exp(-\mu x) \quad (2-8)$$

Hierbei ist  $I_0$  die einfallende Intensität,  $\mu$  der Absorptionskoeffizient und  $x$  der in dem Medium zurückgelegte Weg [Kri94, 2].

### 2.4. BRAGG-Gleichung

Die BRAGG-Gleichung ist die fundamentale Gleichung der Diffraktometrie an kristallinen Stoffen. Sie beschreibt die Beziehung des Winkels des einfallenden zum ausfallenden Röntgenstrahl in Abhängigkeit von der Wellenlänge und den Atomlagen (Netzebenen) des Kristalls. Die BRAGG-Gleichung lässt sich herleiten, indem man sich die Wellennatur der Röntgenstrahlung zunutze macht. Man betrachtet einen Kristall, dessen Netzebenen einen Abstand von  $d$  besitzen, auf welche zwei Röntgenstrahlen, die sich in Phase befinden, auftreffen und an diesen reflektiert werden. Im Folgenden werden die Effekte der Absorption vernachlässigt (Kap. 2.3), da diese zu keinen Reflexionen führen. Für konstruktive Interferenz muss der Gangunterschied  $\Delta$  zwischen den reflektierten Strahlen ein ganzzahliges Vielfaches der Wellenlänge sein

$$\Delta = m\lambda. \quad (2-9)$$

Der Gangunterschied lässt sich geometrisch ermitteln (Abbildung 2-2)

$$\Delta = 2d \sin\theta. \quad (2-10)$$

Fügt man die Beziehungen (2-9) und (2-10) zusammen, so erhält man die BRAGG-Gleichung

$$m\lambda = 2d \sin\theta. \quad (2-11)$$

$m$  ist im Regelfall 1, da in höherer Ordnung gebeugte Strahlen aufgrund der geringen Intensität experimentell nicht erfasst werden [Kri94, 2].

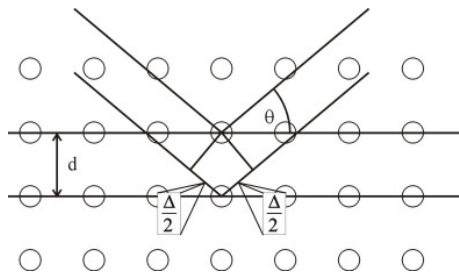


Abbildung 2-2: Schematische Darstellung zur Herleitung der BRAGG-Gleichung

## 2.5. Intensität

Die Intensität lässt sich, verglichen mit der Richtung der gebeugten Strahlen, nicht so einfach bestimmen. Die Intensität wird durch viele Faktoren beeinflusst. Sieht man von den experimentellen Gegebenheiten (Primärstrahlintensität, Filter, Blenden, Monochromatoren...) einmal ab, so bleiben noch die folgenden Einflüsse:

$$I \sim FF^* \cdot W \cdot H \cdot LP \quad (2-12)$$

### 2.5.1. Strukturfaktor

Wie aus dem vorherigen Kapitel 2.2 ersichtlich wird, existieren sehr scharfe Bedingungen für eine Reflexion. Zur Berechnung dieser Bedingungen in einem Kristallsystem wird der Strukturfaktor  $FF^*$  definiert. Er hängt von der Besetzung der Elementarzelle der Kristallstruktur mit Atomen ab und gibt an, für welche (hkl) Bragg-Reflexe auftreten. Da die Netzebenen über die BRAGG-Gleichung mit dem Beugungswinkel verbunden sind, beschreibt der Strukturfaktor also die Winkelabhängigkeit der Intensität. Die Strukturamplitude  $F$  besitzt die Form:

$$F_{hkl} = \sum_{j=1}^N f_c^j \exp(2\pi \cdot i (ha_1^j + ka_2^j + la_3^j)) \quad (2-13)$$

Hierbei ist  $N$  die Anzahl der Atome in der Einheitszelle, und die Vektorkomponenten  $a_i$  verweisen auf deren Position [Nef62, 6].

### 2.5.2. Atomformfaktor $f_c$

Der Atomformfaktor oder auch elektronische Formfaktor beschreibt die Stärke der Wechselwirkung der Strahlung mit dem Atom, genauer gesagt mit den Elektronen des Atoms. Aufgrund der endlichen Ausdehnung des Streuatoms treten Phasendifferenzen zwischen den an den einzelnen Elektronen des Atoms gestreuten Röntgenstrahlen auf, die zur Schwächung der Strahlung führen. Diese Schwächung ist abhängig vom Einfallswinkel und der Wellenlänge der Röntgenstrahlung und der Anzahl der Elektronen des Atoms. Der Atomfaktor ist somit elementspezifisch. In der Literatur wird der Atomformfaktor häufig in Abhängigkeit von  $\frac{\sin \theta}{\lambda}$  tabelliert [Lif99, 5].

### 2.5.3. Temperaturfaktor

Der Temperaturfaktor, aus der Theorie von Debye und Waller folgend auch DEBYE-WALLER-Faktor genannt, beschreibt die Schwächung der Intensität infolge der Wärmebewegung der

Atome, bis die Intensität in der Nähe des Schmelzpunktes des Kristalls vollkommen verschwindet [Kri94, 2].

$$W = \exp\left(-B \frac{\sin^2 \theta}{\lambda^2}\right) \quad (2-14)$$

B ist eine atomspezifische Größe, welche von der Atommasse und der inversen Schwingungsfrequenz abhängt.

#### 2.5.4. Flächenhäufigkeitsfaktor

Unterschiedliche Netzebenen eines Kristalls, die den gleichen Netzebenenabstand besitzen und sich in einer polykristallinen Probe in Reflexionsstellung befinden, tragen zu einem Reflex bei. Die Intensität wird um so höher, je größer die Anzahl der beitragenden Netzebenen ist. Daher wird der Flächenhäufigkeitsfaktor eingeführt. Für Pulverproben gelten die Faktoren wie in der Tabelle 2-1 angegeben. Bei Proben mit einkristalliner Ordnung verliert er seine Bedeutung, da immer nur eine Netzebene für eine bestimmte Richtung existiert [Kri94, 2].

hkl (+Permutationen)	Kubisches Kristallsystem
hkl	48
hhl	24
hk0	24
hhh	8
hh0	12
h00	6

**Tabelle 2-1: Flächenhäufigkeitsfaktor für kubische Systeme**

### 2.5.5. LP-Faktor

Der LP-Faktor ist eine Kombination aus dem Polarisationsfaktor P und dem Lorentzfaktor L. Der Polarisationsfaktor berücksichtigt, dass die einfallenden Röntgenstrahlen unpolarisiert sind und bei der Beugung polarisiert werden. Der LORENTZfaktor berücksichtigt die Divergenz der Röntgenstrahlung aufgrund der natürlichen Linienbreite und der apparativen Effekte [Kri94, 2]. Für die Reflektion an einer Kristallebene lautet er

$$LP = \frac{1 + \cos^2 2\theta}{2 \cdot \sin^2 2\theta} \quad (2-15)$$

## 2.6. Reflektometrie

Die Reflektometrie ist ein Messverfahren zur Bestimmung der Schichtdicke, der Elektronendichte und der Morphologie des Schichtaufbaus von Dünnschichtsystemen. Wie bei der Diffraktometrie (XRD) wird auch bei der Reflektometrie (XRR) die Intensität spekulär gemessen, allerdings misst man bei der Reflektometrie unter Einfallswinkel von  $\omega < 10^\circ$ . Aus dem Grund

$$q = |\Delta k| = \frac{4\pi}{\lambda} \sin\theta \ll \frac{2\pi}{a} \quad (2-16)$$

kann die atomare Struktur der Materie vernachlässigt und als Kontinuum beschrieben werden, wenn a die Kantenlänge der primitiven Einheitszelle im betrachteten Kristall ist. Wegen dieser Kontinuumsnäherung kann man die Ausbreitung der Röntgenstrahlung mit der HELMHOLTZschen Gleichung beschreiben

$$\Delta E(\mathbf{r}) + k^2 n^2(\mathbf{r}) E(\mathbf{r}) = 0 \quad (2-17)$$

Hierbei ist E(r) das Elektrische Feld und k die Wellenzahl der Strahlung. Weiterhin beschreibt n den materialabhängigen Brechungsindex. Um die Gesetze der Optik, wie das Brechungs-

Gesetz und die FRESNELSchen Formeln bei Röntgenstrahlen verwenden zu können, wird der Brechungsindex als komplexe Größe definiert

$$n = 1 - \delta - i\beta \quad (2-18)$$

Dabei ist

$$\delta = \frac{\lambda^2}{2\pi} r_{\text{el}} \rho^{\text{el}} \quad (2-19)$$

der Dispersionsterm mit dem klassischen Elektronenradius  $r_{\text{el}}$  und der Elektronendichte  $\rho^{\text{el}}$  und

$$\beta = \frac{\lambda}{4\pi} \mu \quad (2-20)$$

der Absorptionsterm. Der Absorptionsterm ist proportional zum Absorptionskoeffizienten  $\mu$  [Bru99, 7].

### 2.6.1. Totalreflexion

Da bei Röntgenstrahlen der Absorptionsterm um zwei bis drei Größenordnungen kleiner im Vergleich zum Dispersionsterm ist, kann er bei Näherungsrechnungen für den Totalreflexionswinkel vernachlässigt werden. Aus dem SNELLIUSSchen Brechungsgesetz folgt

$$\frac{\cos(\alpha_c)}{\cos(0)} = n. \quad (2-21)$$

Nach Entwickeln des Kosinus des Grenzwinkels  $\alpha_c$  erhält man die Elektronendichte in Abhängigkeit vom Grenzwinkel

$$\rho^{\text{el}} = \frac{\alpha_c^2 \pi}{\lambda^2 r_{\text{el}}} \quad (2-22)$$

Die Absorption besitzt einen entscheidenden Einfluss auf das Plateau der Totalreflexion. Mit zunehmender Eindringtiefe in die Probe wird der Röntgenstrahl aufgrund des Absorptions-Terms  $\beta$  exponentiell geschwächt. Die Absorption bewirkt daher ein Verschwinden des Plateaus der Totalreflexion und ein Abrunden des Grenzwinkels [Tol99, 8]. Oberhalb dieses Winkels kann das Verhalten des Röntgenstrahls durch die FRESNELschen Formeln beschrieben werden. Die Amplitudenfaktoren besitzen die Form

$$r = \frac{|k|\sin(\alpha_e) - k\sqrt{n^2 - \cos(\alpha_e)}}{|k|\sin(\alpha_e) + k\sqrt{n^2 - \cos(\alpha_e)}} \quad (2-23)$$

$$t = \frac{2|k|\sin(\alpha_e)}{|k|\sin(\alpha_e) + k\sqrt{n^2 - \cos(\alpha_e)}}. \quad (2-24)$$

Diese Gleichungen gelten nur für senkrecht polarisierte Strahlung. Aufgrund des Brechungsindex  $n \approx 1$  ist diese Betrachtung ausreichend.

### 2.6.2. Interferenzeffekte und Grenzflächenrauigkeit

Zusätzlich zu dem Effekt der Totalreflexion können noch Interferenzerscheinungen beobachtet werden, die durch die an den verschiedenen Grenzflächen reflektierten Röntgenstrahlen entstehen. Diese Interferenzerscheinungen werden Fringes oder nach ihrem Entdecker auch KIESSIG-Oszillationen genannt. Sie ergeben sich als Funktion des Einfallswinkels  $\omega$  aufgrund des Phasenunterschiedes zwischen den an den Grenzflächen zweier Schichten mit unterschiedlicher Elektronendichte reflektierten Wellen und stehen daher im direkten Zusammenhang mit der Schichtdicke  $d$ . Aus geometrischen Überlegungen erhält man

$$d \approx \frac{\lambda}{2\sin \Delta \omega} = \frac{2\pi}{\Delta q} \quad (2-25)$$

Eine ideal glatte Grenzfläche bedeutet einen Sprung im Brechungsindex. Eine reale Grenzfläche wird immer eine, zumindest auf atomarem Niveau, gewisse Rauigkeit bzw.



Unebenheiten aufweisen. Der Verlauf dieser Grenzfläche besitzt daher einen sich ändernden Brechungsindex. Bei einer integralen Betrachtung der Grenzfläche genügt die einfache Methode der Mittelung über die Höhenachse  $z$ . Mathematisch wird der Übergang durch mehrere glatte Grenzflächen mit kleinen Veränderungen im Brechungsindex beschrieben. Somit kann man eine Verteilungsfunktion  $P(z)$  über den Mittelwert  $M$  mit

$$M = \int z P(z) dz \quad (2-26)$$

eingeführen, wobei die Standardabweichung (rms)

$$S^2 = \int (z - M)^2 P(z) dz \quad (2-27)$$

beträgt. Es existieren verschiedene Möglichkeiten zur Wahl der Verteilungsfunktion. Der Intensitätsabfall ist aber bei allen Verteilungsfunktionen im Wesentlichen proportional zu dem Faktor  $\exp(-2 k^2 S^2)$  [Tol99, 8].

### 2.6.3. Korrektur

Die gemessenen Kurven müssen bezogen auf die Intensität korrigiert werden. Bei streifendem Einfall kann der Winkel so klein werden, dass die Strahlbreite größer als die Probenbreite ist. Aus diesem Grund geht zu Anfang der Messung viel Intensität verloren und das Totalreflexionsplateau, das die Theorie vorhersagt, ist nicht zu sehen. Tolan [Tol99, 8] schlug folgende Korrektur vor: Der Endwinkel der Korrektur  $\theta_g$  ist genau dann erreicht, wenn die Strahlbreite  $B_g$  gleich der Probenbreite  $b$  ist (Abbildung 2-3).

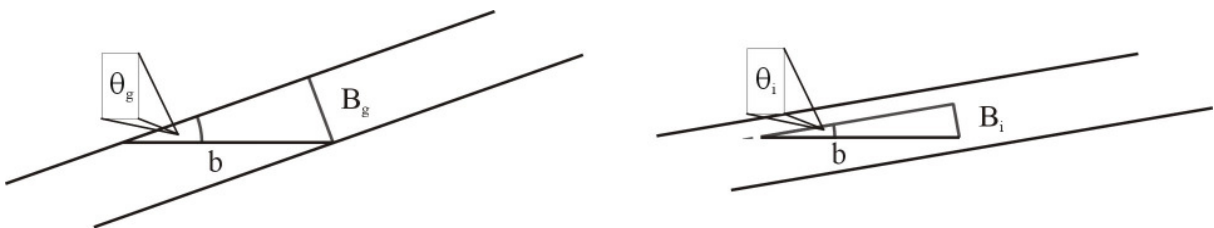


Abbildung 2-3: Schematische Darstellung der Reflektometriekorrektur nach Tolan

Es folgt

$$\sin\theta_g = \frac{B_g}{b} \quad (2-28)$$

Für kleinere Einfallswinkel  $\theta_i$  gelten natürlich die gleichen Bedingungen, nur dass jetzt eine geringere Strahlbreite  $B_i$  die Probe trifft (Abbildung 2-3).

$$\sin\theta_i = \frac{B_i}{b} \quad (2-29)$$

Vereinfacht kann man davon ausgehen, dass die Intensität  $I_0$  des Primärstrahls über dessen gesamte Breite konstant ist. Aus diesem Grund kann man annehmen, dass die Breite proportional zu der Intensität ist.

$$I_i = \frac{B_i}{B_g} \cdot I \quad (2-30)$$

Aus (2-28), (2-29) und (2-30) folgt dann

$$I_i = \frac{\sin\theta_i}{\sin\theta_g} \cdot I \quad \text{für } \theta_i < \theta_g \quad (2-31)$$

Analog zu diesen Überlegungen kann man für größere Winkel eine ähnliche Beziehung herleiten, wenn man die zunehmende Teilausleuchtung der Probe berücksichtigen will.

$$I_i = \frac{\sin\theta_g}{\sin\theta_i} \cdot I \quad \text{für } \theta_i > \theta_g \quad (2-32)$$

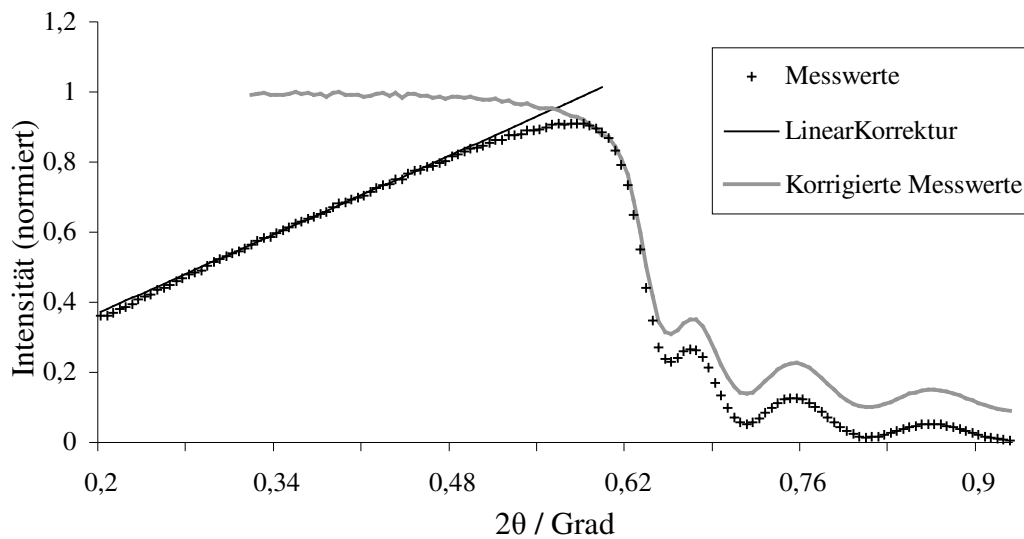
$$I_i = \frac{\tan\theta_g}{\tan\theta_i} \cdot I \quad \text{für } \theta_i > \theta_g \quad (2-33)$$

Gleichung (2-32) gilt für Messungen ohne Messerblende und Gleichung (2-33) für Messungen mit Messerblende.

Die zweite Möglichkeit der Korrektur ist eine lineare Regression an der Intensität vor dem Endwinkel der Korrektur  $\theta_g$  (Abbildung 2-4).

$$I(\theta_i) = a + b\theta_i \quad (2-34)$$

Die Koeffizienten  $a$  und  $b$  sind probenabhängig und müssen für jede Messung neu bestimmt werden.



**Abbildung 2-4: Korrektur der Reflektometrie mit Hilfe der Linearapproximation**

Mit Hilfe dieser Koeffizienten kann man nun die Intensität bis zum Grenzwinkel korrigieren.

$$I_{\text{Korr}}(\theta_i) = \frac{I(\theta_i)}{a + b \cdot \theta_i} \quad \text{für } \theta_i < \theta_g \quad (2-35)$$

Nach dem Grenzwinkel kann man die folgende Korrektur verwenden:

$$I_{\text{Korr}}(\theta_i) = I(\theta_i) \cdot \frac{I_{\text{Korr}}(\theta_g)}{I(\theta_g)} \cdot \frac{\theta_i}{\theta_g} \quad \text{für } \theta_i > \theta_g \quad (2-36)$$

Hierbei übernimmt der erste Faktor die Normierung und der zweite Faktor beschreibt die zunehmende Teilausleuchtung der Probe [Poh04, 9].

#### 2.6.4. Verwendete Software

Zur Anpassung von Schichtmodellen an die gemessenen Reflektometriekurven der Proben wurde das Parratt32-Programm, welches auf der gleichnamigen Theorie beruht [Par54, 10], [Tol99, 8], verwendet. Bei dieser Methode betrachtet man einen Schichtstapel, dessen Höhenachse  $z$  an der Oberfläche den Nullpunkt besitzt und in den Stapel hinein negativ gezählt wird. Im Gegensatz dazu werden die Schichten mit der Zählvariable  $j$  andersherum nummeriert. Die Oberflächenschicht trägt die Nummer 1 und dann wird fortlaufend erhöht bis zum Wafer, welcher den größten Zahlenwert von  $N+1$  annimmt. Der Wafer wird als unendlich dicke Schicht angesehen, sodass vom Grund des Wafers keine Röntgenstrahlen reflektiert werden. Die darüber liegenden Schichten besitzen die Dicke  $d_j$  und den Brechungsindex  $n_j$ . Der Ausgangspunkt für die Rekursionsformel ist das Verhältnis von transmittierter und reflektierter Amplitude

$$X_j = \frac{R_j}{T_j} \quad (2-37)$$

Unter Kenntnis der  $N+1$ -Schicht erhält man für das Amplitudenverhältnis

$$X_j = \frac{r_{j,j+1} + X_{j+1} \exp(-2ik_{j+1}z_j)}{1 + r_{j,j+1} + X_{j+1} \exp(-2ik_{j+1}z_j)} \exp(-2ik_j z_j), \quad (2-38)$$

wobei vom Wellenvektor  $k$  nur die Komponente der Höhenachse  $z$  benötigt wird. Der so genannte FRESNEL-Koeffizient  $r_{j,j+1}$  ergibt sich zu

$$r_{j,j+1} = \frac{k_j - k_{j+1}}{k_j + k_{j+1}} \quad (2-39)$$

Mit der gemachten Annahme der unendlich dicken Substratschicht kann man Aussagen über die Werte für die reflektierte Amplitude treffen

$$R_{N+1} = X_{N+1} = 0 \quad (2-40)$$

Wenn man weiterhin für die transmittierte Amplitude der ersten Schicht einen Wert von  $T_1 = 1$  wählt, so erhält man

$$R = |X_1|^2 = |R_1|^2 \quad (2-41)$$

Mit Hilfe dieser Randbedingungen lassen sich nun Formeln für die Reflektivität und die Transmission in den folgenden Rekursivformeln bestimmen

$$R_{j+1} = \frac{1}{t_{j+1,j}} \left( T_j r_{j+1,j} \exp(-i(k_{j+1} + k_j)z_j) + R_j \exp(-i(k_{j+1} - k_j)z_j) \right) \quad (2-42)$$

$$T_{j+1} = \frac{1}{t_{j+1,j}} \left( T_j \exp(i(k_{j+1} - k_j)z_j) + R_j r_{j+1,j} \exp(i(k_{j+1} + k_j)z_j) \right) \quad (2-43)$$

Der Faktor  $t_{j+1,j} = 1 + r_{j+1,j}$  wird als Transmissionskoeffizient bezeichnet. Diese Rekursionsformeln bilden die Grundstruktur. Um die Rauigkeiten bzw. Unebenheiten der Schichten zu beachten, wird die FOURIER-Transformation der Verteilungsfunktion (2-27) in dem reziproken Raum berechnet

$$p_j(k) = \exp(ikM_j) \int \exp(-ikz) P_j(z) dz \quad (2-44)$$

Mit Hilfe dieser Gleichungen ergeben sich die reflektierten und transmittierten Amplituden zu

$$R_{j+1} = \frac{p_j(-k_{j+1} + k_j)}{p_j(k_{j+1} - k_j) t_{j+1,j}} \left( T_j \frac{p_j(k_{j+1} + k_j)}{p_j(k_{j+1} - k_j)} r_{j+1,j} \exp(-i(k_{j+1} + k_j)z_j) + R_j \exp(-i(k_{j+1} - k_j)z_j) \right) \quad (2-45)$$

$$T_{j+1} = \frac{p_j(-k_{j+1} + k_j)}{t_{j+1,j}} \left( T_j \exp(i(k_{j+1} - k_j)z_j) + R_j \frac{p_j(-k_{j+1} - k_j)}{p_j(-k_{j+1} + k_j)} r_{j+1,j} \exp(i(k_{j+1} + k_j)z_j) \right) \quad (2-46)$$

Diese Rekursionsformeln sind ein allgemeiner Ausdruck, bei dem die Rauigkeit bzw. Unebenheit der Schichten berücksichtigt wird. Wie man an den Formeln erkennen kann, beeinflusste die Wahl der Verteilungsfunktion die Berechnung der Reflektivität. Das

Parratt32-Programm verwendet standardmäßig eine stetige GAUß-Funktion. Hieraus wird die Grenzschichtdicke zu

$$S_d = \sqrt{2\pi S^2} \quad (2-47)$$

berechnet.

Das Parratt32-Programm gibt abweichend vom Dispersions- und Absorptionsterm die Fit-Parametern  $\rho$  und  $\text{Im}(\rho)$ . Diese sind aber mit dem Brechungsindex über die Formeln  $\delta = \rho \cdot \lambda^2 / (2\pi)$  und  $\beta = \text{Im}(\rho) \cdot \lambda^2 / (2\pi)$  verbunden [Bra99, 11]. Da der Dispersionsterm proportional zu der Elektronendichte (2-19) der jeweiligen Schicht ist, können auch Aussagen über die Dichte der Schichten getroffen werden, wenn man deren Elementzusammensetzung und Struktur kennt.

## 2.7. Reflexprofilanalyse

Nicht nur die Maximalintensität, sondern auch das Intensitätsprofil eines Reflexes beinhaltet Informationen über die Probe. Die Reflexe werden verbreitert, wenn die kohärent streuenden Bereiche hinreichend klein sind. Die Größe der kohärent streuenden Bereiche wird oft als Korngröße bezeichnet. Versetzungen in realen Körnern können die Streuung der Röntgenstrahlen beeinflussen und den Betrag der Korngröße verkleinern.

Das Linienprofil kann aber auch durch Mikrospannungen verbreitert werden. Makrospannungen oder Spannungen I. Art sind Spannungen, welche die Gitterkonstante über große Bereiche verändern und daher zu einem Shift des Schwerpunktes eines Beugungsreflexes führen. Spannungen II. Art sind homogene Spannungen innerhalb eines Korns und sind in Dünnschichtsystemen nicht zu erwarten. Mikrospannungen oder Spannungen III. Art werden zum Beispiel durch Leerstellen oder Fremdatome hervorgerufen und führen zu kleinen lokalen Veränderungen der Gitterkonstante. Diese Schwankungen sind sehr klein und homogen verteilt, sodass nur ihre Varianz bestimmt werden kann. Mit der Profilanalyse eines Reflexes werden eben diese Effekte der Mikrospannung und der Korngröße untersucht [Ehr96, 12].

### 2.7.1. Apparative Effekte

Bevor eine Profilanalyse beginnen kann, muss beachtet werden, dass eine Linienverbreiterung durch instrumentelle Effekte vernachlässigt oder korrigiert werden kann. Um bei Vergleichsmessungen Profilverbreiterungen durch Korngröße und Mikrospannungen auszuschließen, verwendet man Standard-Proben, die keine solchen Verbreiterungen verursachen. Hierfür benötigt man eine Probe, deren Korngröße mindestens  $2\mu\text{m}$  beträgt und deren Mikrospannungen durch Tempern verschwindend gering sind. Die verursachte Reflexverbreiterung der Messanordnung kann mit einer experimentell gefundenen Winkelabhängigkeit beschrieben werden.

$$\text{FWHM}^2 = U \tan^2\theta + V \tan\theta + W \quad (2-48)$$

U, V und W sind Parameter, die durch Messungen bestimmt werden müssen. Es gibt keinen theoretischen Beweis für diese von CAGLIOTI gefundene Formel, dennoch beschreibt sie den Verlauf hinreichend genau [Lan86, 14].

Im Folgenden werden eine ganze Reihe von Methoden vorgestellt, um das Profil eines Beugungsreflexes auszuwerten. Die Methoden unterscheiden sich hauptsächlich durch ihre Komplexität und sind daher für verschiedene Proben unterschiedlich gut geeignet. Im Verlauf der Beschreibung der Methode wird auf die jeweiligen Besonderheiten hingewiesen.

### 2.7.2. Parameter der Reflexprofilanalyse

Zum Beschreiben eines Reflexprofils werden verschiedene Parameter genutzt. Mit der Lage ( $2\theta$ ), Halbwertsbreite (FWHM) und Höhe ( $I_{\text{Max}}$ ) können die Position und die Abmessungen des Profils beschrieben werden. Neben diesen Standardprofilparametern finden auch Parameter wie integrale Intensität und integrale Breite Verwendung. Diese Parameter beschreiben ebenfalls das Linienprofil, müssen allerdings erst berechnet werden bzw. setzen sich aus mehreren Parametern zusammen.

Die integrale Intensität  $I_{\text{int}}$  (Profilfläche) ist die Summation über die gesamte Intensität des zu untersuchenden Reflexes

$$I_{\text{int}} = \int I(2\theta) d(2\theta). \quad (2-49)$$

Die integrale Breite  $\beta$  ist das Verhältnis von integraler Intensität zur Maximalintensität

$$\beta = \frac{I_{\text{int}}}{I_{\text{Max}}} \quad (2-50)$$

Für die Halbwertsbreite FWHM findet im Folgenden ein H Verwendung.

Die Profilform kann durch eine oder mehrere mathematische Funktionen approximiert werden. Die mathematischen Funktionen beschreiben den Abfall der Flanken auf unterschiedliche Weise und können somit unterschiedliche Eigenschaften der Probe anhand der Kurvenform bestimmen. Näheres dazu wird im Kapitel 2.7.4 aufgeführt.

### 2.7.3. SCHERRER-Verfahren

Das SCHERRER-Verfahren bietet eine untere Abschätzung der Korngröße, da man den Einfluss die Mikrospannungen vernachlässigt. Es kann auf alle Beugungsreflexe angewendet werden und ist damit unabhängig von der Probenbeschaffenheit. Man verwendet die Halbwertsbreite  $H_S$  des Reflexprofils als Abweichung vom Messwinkel zur Berechnung der Korngröße bzw. Domänengröße  $D$ . Im Falle der 2:1-Symmetrie ( $H_S \sim 2 \Delta\theta$ ) folgt daraus

$$D = \frac{k\lambda}{H_S \cdot \cos\theta}. \quad (2-51)$$

Koeffizient  $k$  ( $k \leq 1$ ) ist abhängig von der Struktur und der Kristallitform. In den meisten Fällen ist  $k=0,9$  eine hinreichend genaue Annäherung. Es wurde extra darauf hingewiesen, dass eigentlich die Domänengröße abgeschätzt wird, da in einem Korn Gitterfehlstellen bzw. Gitterleerstellen und andere Effekte auftreten können, die ebenfalls eine Verbreiterung des



Reflexes verursachen. Die Korngröße ist also eine Abschätzung der unteren Grenze der Größe. Eine genaue Herleitung ist unter [Men, 13] zu finden.

#### 2.7.4. LANGFORD/DE KEIJSER-Verfahren

Bei diesem Verfahren wird das Linienprofil eines Reflexes untersucht. Das Reflexprofil wird mit CAUCHY-  $C(\theta)$  und GAUß-  $G(\theta)$  Funktionen angepasst, die mit einem Wichtungsfaktor  $\eta$  die so genannte Pseudovoigt-Funktion bilden [Lan86, 14], [Klu54, 15].

$$I_{PSV} = I_{int} (\eta C(2\theta) + (1-\eta) G(2\theta)) \quad (2-52)$$

HALDER und WAGNER konnten zeigen, dass die Halbwertsbreite der CAUCHY-Funktion die Korngröße und die Halbwertsbreite der GAUß-Funktion die Effekte der Mikrospannung beschreibt. Die CAUCHY- und GAUß-Funktionen besitzen nach [How90, 16] die Form

$$C(2\theta) = \frac{(2/\pi) H_C}{H_C^2 + 4(2\theta - 2\theta_T)^2} \quad \text{und} \quad (2-53)$$

$$G(2\theta) = \frac{2\sqrt{\ln 2}}{\sqrt{\pi} H_G} \exp\left(-\frac{4\ln 2}{H_G^2} (2\theta - 2\theta_T)^2\right) \quad (2-54)$$

Hierbei ist  $\theta_T$  die Position der Maximalintensität, und  $H_C$  bzw.  $H_G$  beschreiben die Halbwertsbreiten der CAUCHY- bzw. GAUß-Funktion. Die Berechnung der Integralbreiten der GAUß- und CAUCHY-Funktionen erfolgt über den Profilparameter

$$\varphi = \frac{H_{PSV}}{\beta} \quad (2-55)$$

Wobei  $H_{PSV}$  die Halbwertsbreite der Pseudovoigt-Funktion ist und  $\beta$  deren integrale Breite. Mit Hilfe dieses Parameters lassen sich nun die integralen Halbwertsbreiten der CAUCHY- und GAUß-Funktionen herleiten.

Die folgende empirische Formel wurde von ASTHANA und KIEFER eingeführt

$$\frac{\beta_C}{\beta} = a_0 + a_1\varphi + a_2\varphi^2 \quad (2-56)$$

$$\frac{\beta_G}{\beta} = b_0 + b_{1/2} \left( \varphi - \frac{2}{\pi} \right)^{1/2} + b_1\varphi + b_2\varphi^2. \quad (2-57)$$

Hierbei sind  $a_0, a_1, a_2, b_0, b_{1/2}, b_1, b_2$  numerisch zu bestimmende Parameter [Bal91, 17].

Das LANGFORD-DEKEIJSER-Verfahren verzichtet wegen der Verwendung von Integralbreiten auf eine Bestimmung der geometrischen Verbreiterung nach Gleichung (2-48). Das gemessene Linienprofil  $h$  ist eine multiplikative Zusammensetzung aus dem Profil  $g$  apparativer Effekte und dem von der Probe verursachten Linienprofil  $f$ .

$$h = g * f \quad (2-58)$$

Der Index  $h$  kennzeichnet im Folgenden gemessene Parameter und  $g, f$  die Parameter für apparative und strukturelle Effekte [DeK82, 18]. Die gemessenen Integralbreiten  $\beta_C^h$  und  $\beta_G^h$  müssen mit Integralbreiten einer Standardprobe  $\beta_C^g$  und  $\beta_G^g$  korrigiert werden [Bal91, 17]. Dies geschieht nach

$$\beta_C^f = \beta_C^h - \beta_C^g \quad \text{und} \quad (2-59)$$

$$(\beta_G^f)^2 = (\beta_G^h)^2 - (\beta_G^g)^2 \quad (2-60)$$

Mit den so gefundenen Integralbreiten lassen sich die Korngröße  $D$  und die Dehnung  $\varepsilon$  bestimmen. Hierzu werden die Formeln

$$D = \frac{\lambda}{\beta_G \cdot \cos\theta} \quad \text{und} \quad (2-61)$$

$$\varepsilon = \frac{\beta_C}{4 \cdot \tan\theta} \quad (2-62)$$

verwendet [DeK82, 18].

Die Gleichung (2-61) wird wie nach dem Modell von SCHERRER hergeleitet. Die Grundlage für die Herleitung zur Berechnung der lokalen Dehnung geht auf Wilson [Wil49, 19] zurück, der zeigen konnte, dass gilt

$$\Delta s = 2s \varepsilon \quad (2-63)$$

mit der reduzierten Streuvariablen  $s = \frac{h}{2\pi} = \frac{2\sin\theta}{\lambda}$ . Aus der Ableitung der reduzierten Streuvariablen folgt:

$$\Delta 2\theta = \frac{\lambda}{\cos\theta} \Delta s \quad (2-64)$$

Durch Einsetzen von Gleichung (2-63) in Gleichung (2-64) folgt die Beziehung für die lokale Dehnung (Gleichung (2-62)).

#### 2.7.5. WILLIAMSON-HALL-Verfahren

Wurden mehrere Reflexe einer Probe gemessen, kann man das WILLIAMSON-HALL-Verfahren anwenden. Eine genaue Beschreibung ist unter [Bal91, 17] zu finden. Die allgemeine Form für diese lineare Approximation ist

$$(\beta \cdot \cos\theta)^N = \left(\frac{\lambda}{D}\right)^N + (4\varepsilon \cdot \sin\theta)^N \quad (2-65)$$

Wenn das Linienprofil der betrachteten Reflexe eher der eines CAUCHY-Profiles entspricht, verwendet man die CAUCHY-Näherung. Hierbei nimmt man an, dass die Integralbreiten die Form

$$\beta_C = \beta_{\text{Messung}} - \beta_{\text{Apparat}} \quad (2-66)$$

besitzen.

Mit dieser Annahme kann man die WILLIAMSON-HALL-Formel vereinfachen zu

$$\beta_C \cdot \cos\theta = \frac{\lambda}{D} + 4\varepsilon \cdot \sin\theta \quad (2-67)$$

Nimmt man dagegen ein GAUß-Profil der zu bestimmenden Reflexe an, so berechnet sich die integrale Breite zu

$$\beta_G = \left( \beta_{\text{Messung}}^2 - \beta_{\text{Apparat}}^2 \right)^{\frac{1}{2}} \quad (2-68)$$

Der Exponent der WILLIAMSON-HALL-Formel erhöht sich um eins, sodass gilt

$$(\beta_G \cdot \cos\theta)^2 = \left( \frac{\lambda}{D} \right)^2 + (4\varepsilon \cdot \sin\theta)^2 \quad (2-69)$$

Im Allgemeinfall wird das Linienprofil eine Mischung der beiden obigen Varianten sein. Berücksichtigt man diese Annahme, werden die Integralbreiten wie folgt berechnet:

$$\beta_G = \left( \left( \beta_{\text{Messung}} - \beta_{\text{Apparat}} \right) \cdot \left( \beta_{\text{Messung}}^2 - \beta_{\text{Apparat}}^2 \right)^{\frac{1}{2}} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (2-70)$$

Als lineare Approximation dieser CAUCHY-GAUß-Methode benutzt man die folgende Formel

$$\left( \frac{\beta_{\text{LG}}}{\tan\theta} \right)^2 = \frac{\lambda \beta_{\text{LG}}}{D \cdot \tan\theta \cdot \sin\theta} + 16\varepsilon^2 \quad (2-71)$$

## 2.8. Grad der Texturierung

Zur Charakterisierung der Textur einer Probe wird in dieser Arbeit eine Rotationsmessung der (004)-Ebene herangezogen. Eine einkristalline Schicht weist bei einer Rotationsmessung eines BRAGG-Reflexes nur durch apparative Effekte verbreiterte Reflexe auf. Eine polykristalline oder texturierte Schicht dagegen zeigt ein konstantes Intensitätsniveau über den gesamten Rotationswinkel  $\Phi$  (Abbildung 3-1).

Daher wird folgende Formel verwendet

$$\tau = \frac{H_{\Phi} - H_{\Phi, \text{std}}}{360^{\circ}} \quad (2-72)$$

Hierbei ist  $\tau$  der Grad der Texturierung,  $H_{\Phi}$  repräsentiert die gemessene Halbwertsbreite des Rotationsreflexes und  $H_{\Phi, \text{std}}$  ist die Halbwertsbreite bei einer einkristallinen Standardprobe. Der Winkel von  $360^{\circ}$  wurde gewählt, damit alle Reflexe der Rotationsmessung beachtet werden. Daher entspricht der Wert  $\tau = 1$  einer stark texturierten Probe, bei der alle Körner in der Ebene eine statistisch verteilte Orientierung besitzen, und  $\tau = 0$  einer einkristallinen Probe.

## 2.9. Spannungsanalyse

Die Bestimmung der Spannung innerhalb einer dünnen, nahezu epitaktisch gewachsenen Schicht ist schwer durchzuführen. Man kann die Linienprofilanalyse benutzen und die gefundene Dehnung zur Berechnung der Spannung verwenden

$$\sigma = E_{\text{hkl}} \varepsilon \quad (2-73)$$

Die Schwierigkeit hierbei liegt jedoch im Elastizitätsmodul  $E_{\text{hkl}}$ , welcher für jede Kristallebene bekannt sein muss, für die man die Spannung untersuchen möchte. Da der Elastizitätsmodul aber in dünnen Schichten andere Werte annehmen kann als im Volumenmaterial, kann man nur dann Gleichung (2-73) verwenden, wenn man genaue Kenntnisse über die Änderung des Elastizitätsmoduls beim Übergang vom Volumenmaterial zum Dünnschichtsystem besitzt [Ehr96, 12].

Andere Verfahren wie die  $\sin^2\Psi$ -Methode oder ähnliche Methoden, wie in DOPITA [Dop04, 20] beschrieben, sind bei stark texturierten Proben nicht mehr anwendbar. Sie basieren auf den Auswirkungen der Kippung einer Probe um den Winkel  $\Psi$ . Dadurch werden in Pulverproben andere Körner in BRAGG-Position gebracht. Die untersuchten Proben weisen aber eine starke Textur auf, so dass bei einer Kippung der Probe alle Kristallite aus der symmetrischen BRAGG-Position gebracht werden und die Reflexe verschwinden.

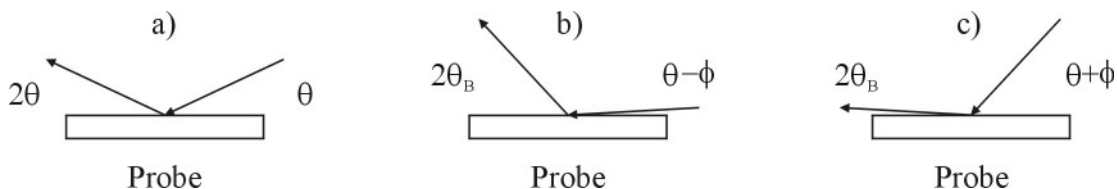
## 2.10. Rockingkurve

Die theoretischen Berechnungen basieren auf der Annahme eines perfekt parallelen Primärstrahls. Aus diesem Grund und der möglichst sehr genauen Winkelauflösung muss für die Aufnahme einer Rockingkurve eine Röntgenoptik mit ähnlichen Eigenschaften wie der Channel-Cut verwendet werden. Die Details einer Rockingkurve sind unter anderem sensitiv auf Spannungen und Schichtdicken. Die Schichtdicke  $d$  kann aus dem Abstand  $\Delta\theta_T$  der Oszillationsmaxima bestimmt werden.

$$d = \frac{\lambda}{2\Delta\theta_T \cos\theta} \quad (2-74)$$

Hierbei ist  $\theta$  der BRAGG-Winkel des gemessenen Substrat-Reflexes.

Eine Spannungsanalyse wird anhand von Messungen der Abweichung des BRAGG-Winkels der Schicht vom BRAGG-Winkel des Substrats bei streifendem Einfall und -Ausfall durchgeführt (Abbildung 2-5).



**Abbildung 2-5: a) Symmetrischer Fall, b) Streifender Einfall, c) Streifender Ausfall**

Die daraus gewonnenen Informationen der Abweichung der Kippwinkel in der aufgetragenen Schicht können zur Berechnung der Spannung der Schicht verwendet werden. Auf eine ausführliche Beschreibung wird verzichtet, da sich herausstellte, dass die Rockingkurven wegen der sehr geringen Intensität des NiSi<sub>2</sub> nicht auswertbar waren. Eine ausführliche theoretische Beschreibung befindet sich unter [Bow98, 21] Die Vertiefung in die Auswertung der Rockingkurven wurde ebenfalls vernachlässigt, da keine Software zur Auswertung zur Verfügung stand.

### 3. Experimentelle Details

#### 3.1. Verwendete Geräte

Zur Untersuchung der Proben wurde das Röntgendiffraktometer XRD 3000PTS der Firma Richard Seifert & Co. verwendet. In der jetzigen Gerätekonfiguration ist eine Feinfokusröhre mit Kupferanode im Strichfokusbetrieb installiert. Das XRD 3000PTS wurde im 2:1-Messmodus betrieben und benutzt einen senkrechten Probenhalter. Die Bezeichnung 2:1-Messbetrieb folgt aus der Kopplung der  $\omega = \theta$  - und  $2\theta$ - Achse. Die Röntgenröhre ist auf eine Position festgelegt und kann nur zum Justagezweck verschoben werden. Der Probenhalter ist dagegen beweglich und kann um einen Winkel  $\omega = \theta = 0^\circ..90^\circ$  verdreht werden. Um eine BRAGG-Reflexion messen zu können, ist der Detektor um  $2\theta$  verdrehbar. Der Nullpunkt bezieht sich bei beiden Achsen jeweils auf die Primärstrahlrichtung.

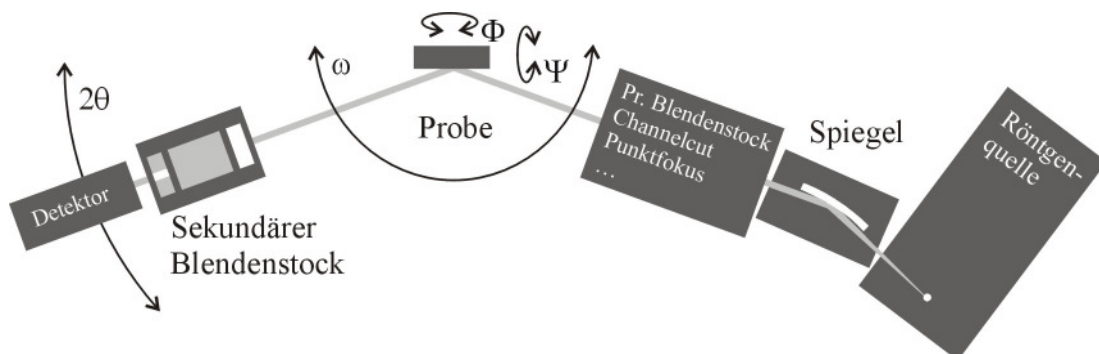


Abbildung 3-1: Schematischer Aufbau des Diffraktometers XRD 3000PTS

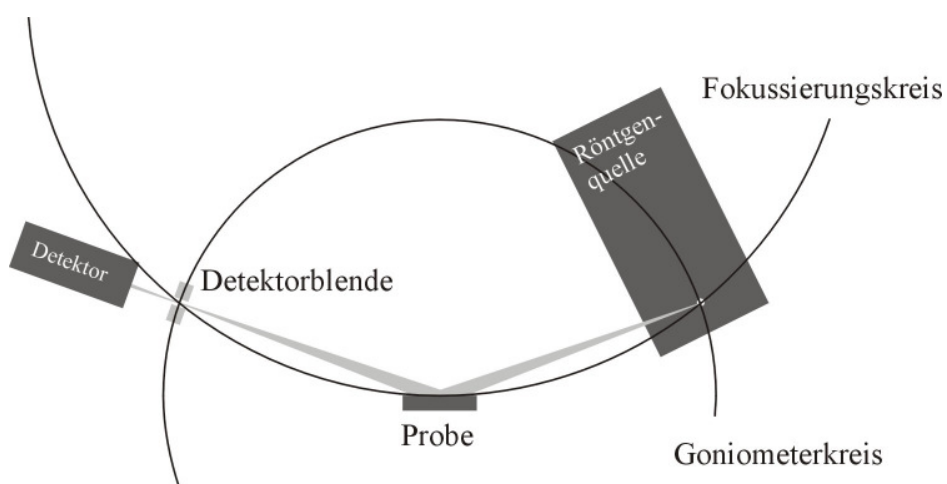
Der Probenhalter kann um  $\Psi = -90^\circ..90^\circ$  gekippt werden. Hierbei wird mit  $0^\circ$  die vertikale Position des Probenhalters markiert. Diese Achse ist besonders für die Messung von einkristallinen Proben und für Spannungsmessungen von Bedeutung. Zusätzlich ist eine Rotation von  $\Phi = 0^\circ..360^\circ$  möglich, welche ebenfalls die Messung von einkristallinen Proben und Texturmessungen erlaubt. Der Nullpunkt kann bei dieser Achse beliebig gewählt werden. Bei polykristallinen Proben erhält man unter jedem Winkel  $\Phi$  ein gleich hohes Signal, das die Kenntnis eines Referenzpunktes überflüssig macht. Einkristalline Proben hingegen reagieren so empfindlich, dass bei einem Probenwechsel der BRAGG-Reflex bei einem anderen Winkel

$\Phi$  gemessen wird. Nach jedem Probenwechsel erhält man so einen neuen Referenzpunkt. Deshalb kann man nicht mit einem festen Bezugspunkt für die  $\Phi$ -Achse arbeiten.

Die Probe kann auf zwei verschiedene Arten fixiert werden. Es stehen zwei scheibenförmige Probenhalter für unterschiedlich große Proben zur Verfügung. Diese eignen sich aufgrund ihrer Rotationssymmetrie besonders für symmetrische 2:1-Messungen bzw. für alle Messungen oberhalb eines Winkels von  $2\theta > 10^\circ$ . Für Messungen unterhalb dieses Winkels wie zum Beispiel bei der Methode des streifenden Einfalls (GID) oder Reflektometrie-messungen (XRR) sind Flügel vorhanden, welche die Probe nur an zwei Seiten festhalten. Bei Messungen mit dem Flügelpaar sind Rotationen nur sehr eingeschränkt möglich.

### 3.2. Diffraktometer

Die durchgeführten Messungen erfolgten in der BRAGG-BRENTANO-Geometrie. Hierbei ist die Probe im Mittelpunkt des Goniometerkreises. Der Goniometerkreis ist ein virtueller Kreis, auf dem sich der Brennpunkt der Röntgenröhre und die Detektorblende befinden. Es wird angenommen, dass die Probenfläche den einfallenden Röntgenstrahl genau auf die Detektorblende fokussiert. Somit wird keine Streustrahlung, sondern nur die Abbildung des BRAGG-Reflexes gemessen. Diese Annahme darf gemacht werden, da die Abmessungen der Probe klein gegen den Radius des Fokussierungskreises sind (Abbildung 3-2).



**Abbildung 3-2: Veranschaulichung der BRAGG-BRENTANO-Geometrie**



Unter Verwendung dieser Methode ist die Ausleuchtung der Probe winkelabhängig. Mit zunehmendem Winkel wird der überstrahlte Bereich der Probe kleiner. Durch die Verwendung des Multilayer-Spiegels können die Fehler durch einen nicht ideal strichförmigen Brennfleck der Röhre und einen divergenten Primärstrahl reduziert werden. Da Fehler der Geometrie wie die Fehler der Apparatur im Wesentlichen die Reflexbreite beeinflussen, wird die Winkelauflösung verkleinert. Dies erschwert die Messung ähnlicher Kristallstrukturen wie Silizium und  $\text{NiSi}_2$ . Für Dehnungs- und Spannungsanalysen können die Fehler durch Messung einer Standardprobe ausgeglichen werden.

Die Messmethode mit streifendem Einfall (GID) ist besonders für dünne Schichten geeignet, da der Röntgenstrahl einen längeren Weg nahe der Oberfläche durch die Probe zurücklegt. Damit ist die Wechselwirkung mit einer dünnen Oberflächenschicht größer, was auch ein besseres Intensitätsprofil ermöglicht. Bei der Untersuchung von einkristallinen Proben ist diese Methode aber sehr schwer zu handhaben, da je nach Orientierung der Schicht die Reflexe nur unter bestimmten Winkeln  $\Phi$  oder sogar keine Reflexe beobachtet werden können. Da bei streifendem Einfall des Primärstrahls keine Rotationsmessungen mit dem Flügelpaar möglich waren, konnten die Reflexe der Schicht nur bei zufälliger Übereinstimmung des  $\Phi$ -Winkels beobachtet werden. Aus diesem Grund ist auf eine ausführliche Untersuchung mit dieser Methode verzichtet worden.

### **3.2.1. Änderung der Grundkonfiguration**

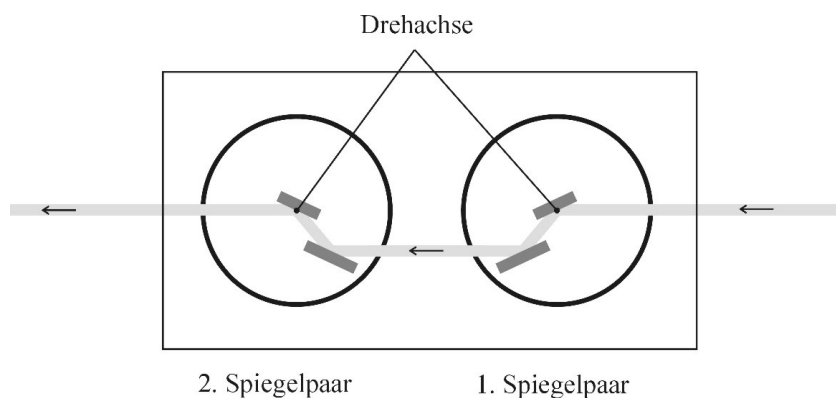
Von Kehr [Keh03, 22] wurde das XRD 3000PTS auf den Betrieb mit verschiedenen Röntgenoptiken eingerichtet. Es war so möglich, zwischen den Konfigurationen Multilayer-Spiegel, Blendenstock und Punktfokus zu wechseln. Aus Intensitätsgründen ist es sinnvoll, immer mit dem Multilayer-Spiegel zu messen. Daher wurde der Multilayer-Spiegel als Grundkonfiguration justiert (Abbildung 3-1). Da der Multilayer-Spiegel den Röntgenstrahl um den Winkel  $\gamma = 2,36^\circ$  bricht, musste hierfür die Röntgenröhre um diesen Winkel gedreht werden.

Um die Möglichkeit zu haben, die Röntgenröhre wieder auf ihre ursprüngliche Lage zu verstellen, wurde ein Aufsatz für einen Justierlaser konstruiert und eingebaut. Mit Hilfe eines entsprechend positionierten Hilfslineals erhält man Informationen über den Drehwinkel des

Röhrenschutzgehäuses. Bei einer Unterteilung von einem Millimeter beträgt der Einstellfehler des Drehwinkels  $\Delta\gamma = 0,02^\circ$ . Die prozentuale Abweichung liegt bei etwa  $\frac{\Delta\gamma}{\gamma} = 1\%$  und kann damit vernachlässigt werden, da sich der Fehler durch den kürzeren Strahlengang nochmals verkleinert. Nach der Justage mit dem Multilayer-Spiegel können unterschiedliche Röntgenoptiken zwischen Multilayer-Spiegel und Probe hinzugefügt werden. Der primäre Blendenstock enthält die Divergenzblende des Multilayer-Spiegels (siehe Kap. 3.2.2.). Diese Konfiguration eignet sich wegen der hohen Intensität und der monochromatisierenden Wirkung des Multilayer-Spiegels vor allem zu Reflektometriemessungen. Channel-Cut und Punktfokus können durch Austauschen mit dem Blendenstock eingesetzt werden. Der Punktfokus eignet sich zur Texturmessung bei polykristallinen Proben und wird in dieser Arbeit nicht verwendet.

### 3.2.2. Justage des Channel-Cut

Für hoch auflösende Messungen wie zum Beispiel die Aufnahme einer Rockingkurve ist es wichtig, eine hoch monochromatische Strahlung zu nutzen, um eine Überlagerung von Beugungsreflexen zu vermeiden. Eine Möglichkeit, dies zu erreichen, ist die Verwendung eines Channel-Cuts. Er besteht aus einem System von vier Germanium-(100)-Monochromatoren, wobei jeweils ein Spiegelpaar aus demselben Kristall hergestellt ist. Durch das Herausfräsen paralleler Ebenen aus einem Germanium-Einkristall kann sichergestellt werden, dass die Spiegeloberflächen die exakt gleiche Orientierung besitzen (Abbildung 3-3).



**Abbildung 3-3: Schematischer Aufbau des Channel-Cuts**

Die Spiegel werden so ausgerichtet, dass sie für die Hauptwellenlänge der Röntgenstrahlen die BRAGG-Gleichung erfüllen. Durch die 4fache Reflexion des Röntgenstrahls wird sichergestellt, dass nur die gewünschte  $\text{CuK}\alpha_1$ -Strahlung noch vorhanden ist. Neben dieser Monochromatisierung wird der Primärstrahl zusätzlich parallelisiert. Da in dieser Arbeit das Röntgendiffraktometer XRD 3000PTS mit einer Kupfer-Röhre betrieben wurde, müssen die aus Germanium gefertigten Spiegel unter einem Einfallswinkel von  $22,65^\circ$  ausgerichtet werden. Der Nachteil der Monochromatisierung mit dem Channel-Cut ist die starke Schwächung der Strahlung. Aus diesem Grund wird der Multilayer-Spiegel zusätzlich vor dem Channel-Cut angeordnet. Allerdings wird dadurch der Strahlenweg im Primärstrahl erheblich verlängert. Vorgesehen war deshalb, die Röntgenröhre parallel zur Strahlrichtung variabel zu halten. Im Falle einer Messung mit dem Multilayer-Spiegel hätte man die Röhre näher zur Probe verstellen können, um einer Intensitätsreduzierung entgegenzuwirken. Für die Nutzung des Channel-Cuts hätte eine Position weiter entfernt von der Probe gewählt werden können, um ausreichend Platz für den Einbau des Channel-Cuts zu gewährleisten. Nach mehrmaligem Verändern des Röhrenstocks wurde festgestellt, dass das Schienensystem keine reproduzierbare Einstellung ermöglicht. Aus diesem Grund wurde eine parallel zur Strahlrichtung feste Röhrenstock-Position gewählt und eine Abschwächung durch den längeren Weg von ca. 10% in Kauf genommen.

Um die genauen Winkelpositionen einrichten zu können, wurden zunächst die Kristallpaare parallel zur Strahlrichtung ausgerichtet. Zwischen Probenhalter und Channel-Cut wurde ein Leuchtschirm aufgestellt. Dann wurde der Channel-Cut-Stock senkrecht zur Strahlrichtung so verschoben, dass die Primärstrahlung durch die Kristallpaare hindurch auf den Leuchtschirm traf, d.h. die Rotationsachse der Kristallpaare befand sich im Strahlengang. Jetzt konnte man den Röhrenstock senkrecht zur Strahlrichtung um die Versetzung verstellen, welche die Reflexion am ersten Kristallpaar verursacht. Der Betrag der Verschiebung  $\Delta y$  berechnet sich zu

$$\Delta y = d \frac{\sin(2\alpha)}{\sin\alpha} \quad (3-1)$$

Hierbei ist  $\alpha$  der Winkel des BRAGG-Reflexes an der reflektierenden Kristallebene und  $d$  der Abstand der Spiegel voneinander. Nachdem das zweite Spiegelpaar entfernt wurde, konnte man durch Rotation des ersten Spiegelpaares das Maximum suchen. Danach wurde der

Röhrenstock wieder auf die ursprüngliche Position gebracht und das zweite Kristallpaar eingerichtet. Unerwartet sank die Intensität nach dem Optimieren des ersten Kristallpaares auf 20% der Primärstrahlintensität ab, obwohl nach theoretischen Berechnungen mindestens 30% der Intensität zur Verfügung stehen mussten. Nach der Endjustage waren von den angegebenen 9% nur noch 0,5% vorhanden. Aus diesem Grund wurde die Divergenzblende des Multilayer-Spiegels entfernt. Dies führte zu einer besseren Ausleuchtung und die Intensität des austretenden Strahls wurde auf ca. 1% erhöht.

Durch das Entfernen der Divergenzblende des Multilayer-Spiegels war dessen Position nicht mehr reproduzierbar. Es musste eine neue Möglichkeit gefunden werden, eine reproduzierbare Position für die Divergenzblende zu bestimmen, da angestrebt wurde, die Umstellung der Röntgenoptiken schnell und leicht durchführbar zu gestalten. Die Lösung hierfür lag in der Verwendung des Blendenstocks. Der Blendenstock wurde mit der Divergenzblende ausgestattet und kann gegen die anderen Röntgenoptiken für die Messanordnung mit Multilayer-Spiegel getauscht werden. Zur Justage wurde der Blendenstock parallel zum Röntgenstrahl verschoben, bis ein annähernd GAUß-förmiges Linienprofil bei möglichst großer Intensität gefunden wurde.

### 3.3. Intensitätsvergleich

Nach der Justage des Channel-Cuts wurde eine Spektralanalyse an einem Lithium-Fluorid-Einkristall durchgeführt (Abbildung 3-4). Hieraus konnte unter anderem auf die Primärstrahlintensität geschlossen werden. Die Intensität verringert sich unter Verwendung des Channel-Cuts um zwei Größenordnungen. Bei der Untersuchung von Pulverproben ist dieser Intensitätsverlust von großem Nachteil, da die gestreute Intensität sehr klein ist. Der Vorteil liegt in der  $\text{CuK}\alpha_1$ -Monochromatisierung. Bei der Verwendung eines Multilayer-Spiegels wird ein Großteil des Spektrums herausgefiltert. Da die Nebenmaxima um mindestens drei Größenordnungen kleiner sind, treten diese Reflexe nur bei hochwertigen einkristallinen Proben auf. Wird ein Sekundärmonochromator verwendet, wird ein weiterer Teil der störenden Wellenlängen unterdrückt. Eine Trennung des  $\text{CuK}\alpha_1$  und  $\text{CuK}\alpha_2$  ist allerdings noch nicht möglich.

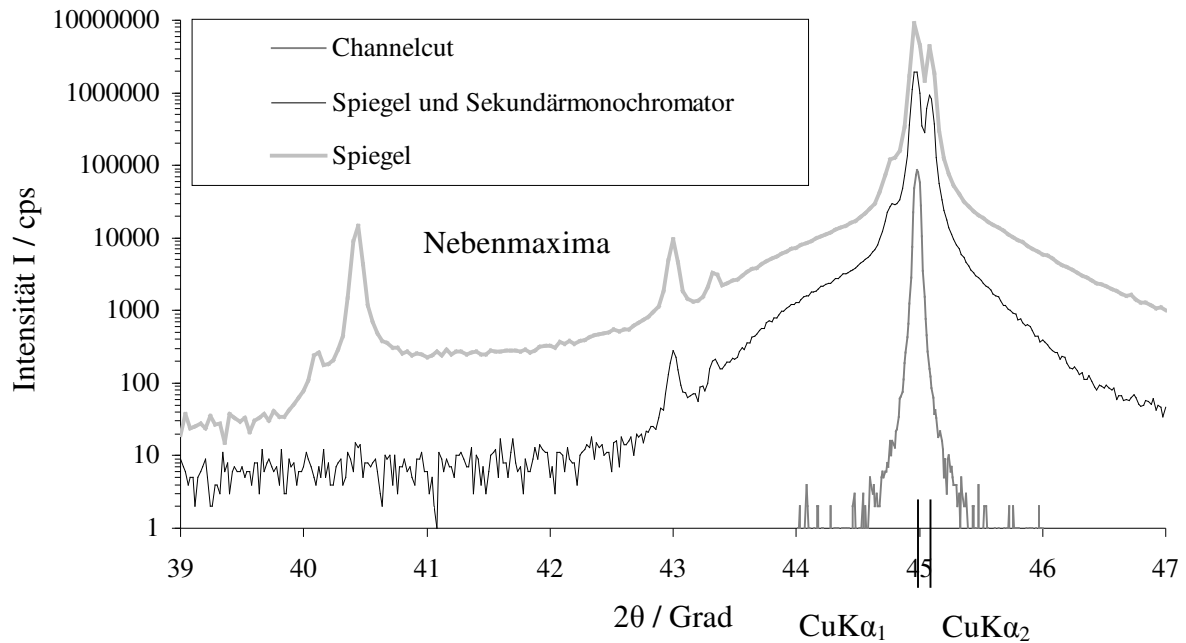


Abbildung 3-4: Spektralanalyse mit verschiedenen Röntgenoptiken

### 3.4. Untersuchungen zur Reflektometrie

Um einen Eindruck der Genauigkeit der Reflektometriemessungen zu erhalten, wurden die folgenden Versuche durchgeführt.

#### 3.4.1. Vergleich der Korrekturmethoden

Bei dem Vergleich der Intensitätskorrektur des Totalreflexionsplateaus an der Probe M 899 4/5 nach Tolan (Gleichungen (2-32), (2-33)) und der linearen Approximation (Gleichungen (2-35), (2-36)) stellt man keine wesentlichen Unterschiede fest, wie in Abbildung 3-5 zu sehen ist. Die maximale Abweichung zwischen beiden Korrekturen beträgt 3%. Da die größte Abweichung weit vor dem Grenzwinkel zu finden ist, kann angenommen werden, dass beide Korrekturen gleichwertig sind. Aufgrund der deutlich einfacheren Ausführung wurde die Korrektur nach Tolan gewählt.

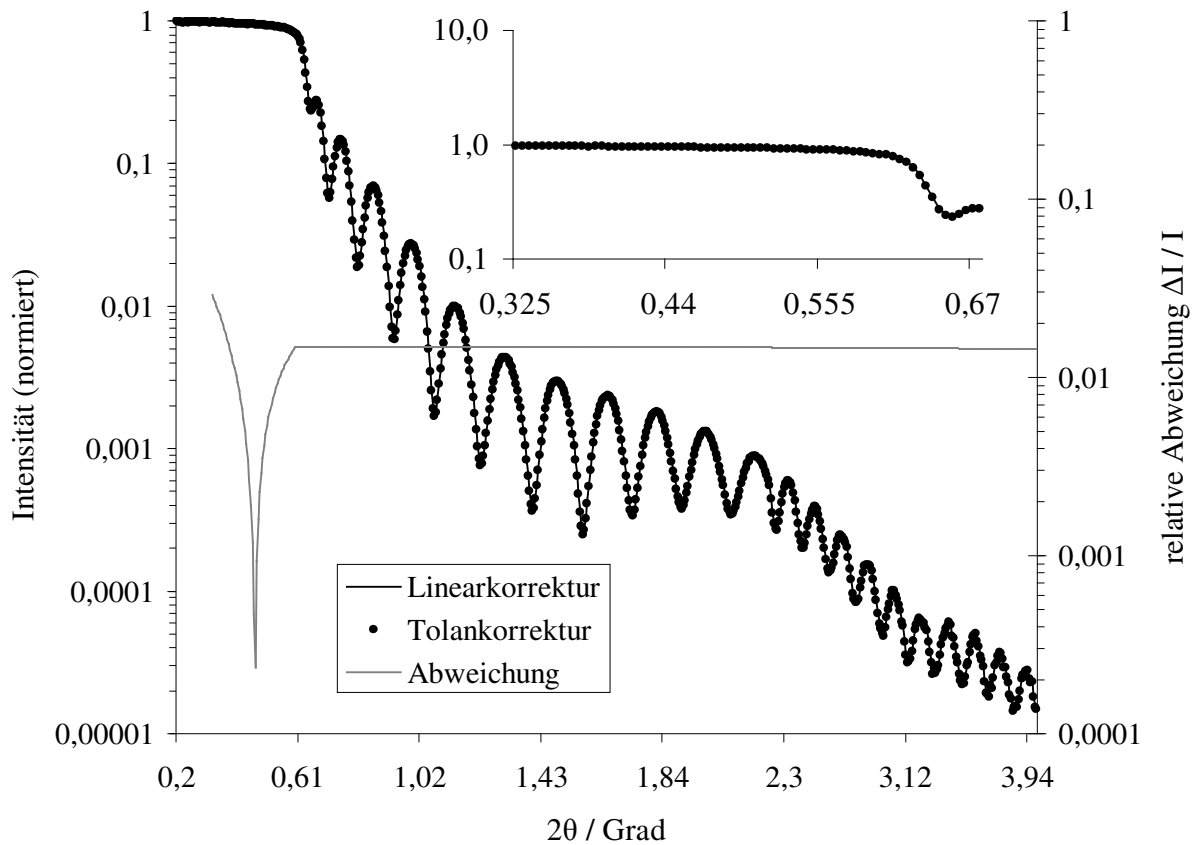
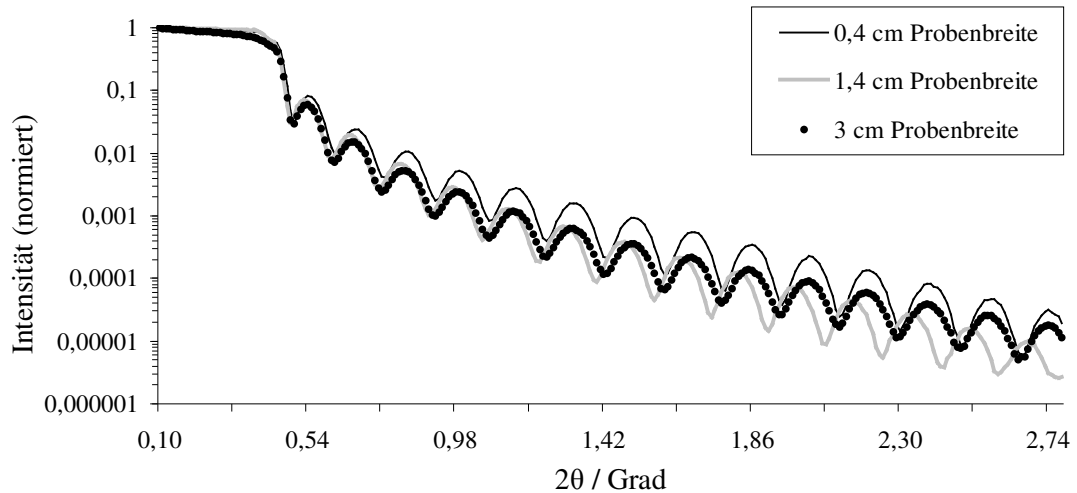


Abbildung 3-5: Darstellung der Unterschiede in den Korrekturmethode

### 3.4.2. Einfluss der Probengröße

Um die Aussagefähigkeit der Reflektometrie für sehr kleinen Proben zu überprüfen, wurde eine Probe schrittweise zerbrochen und gemessen. Es wurde eine Probe mit einer diamantähnlichen Kohlenstoffschicht (DLC) verwendet, da hier relativ homogene Schichten mit geringer Rauigkeit erwartet wurden [Gra04, 23]. Diese Probe besaß eine Länge von 1,5 cm bei einer Breite von 3 cm. Bis zu einer Probenbreite von 0,4 cm wurde die Probe in 4-mm-Schritten verkleinert. In Abbildung 3-6 kann man erkennen, dass auch die Probengröße keine wesentlichen Einflüsse auf die Reflektometriemessung hat. Die leichte Abweichung der Oszillationen könnte durch die Herstellungsbedingte Inhomogenität der Schichtdicke zum Rand des Substrats verursacht werden. Die leichte Abweichung beim Abfall der Reflektometriekurven wird durch die Grenzschichtdicke zu Luft bestimmt. Die Variation der Grenzschichtdicke könnte durch mikroskopische Verunreinigungen bzw. Oxidationen an der Oberfläche hervorgerufen werden.



**Abbildung 3-6: Reflektometriekurven in Abhängigkeit der Probenbreite**

Die ermittelten Parameter sind in Tabelle 3-1 aufgelistet. Hier kann man erkennen, dass die Reflektometrie auch bei kleinen Proben genaue Ergebnisse liefert. Der leichte Abfall in der Elektronendichte, welcher am Beginn der Messreihe auftritt, könnte durch eine leichte Inhomogenität in der Schicht entstanden sein. Dies würde auch die Abweichungen in der Grenzschichtdicke erklären. Eine zweite Erklärung ist die Absorption der Röntgenstrahlen durch den längeren Weg in einer breiten Probe bei sehr kleinem Winkel. Bei starker Absorption wird die Bestimmung des Grenzwinkels erschwert (Kap. 2.6.1).

Probenbreite In cm	Schichtdicke $d / \text{nm}$	Elektronendichte $\rho^{\text{el}} / 10^{23} \text{cm}^{-3}$	Grenzschichtdicke zu Luft $S_d / \text{nm}$
3	48,8	5,5	1,3
2,6	49,0	5,3	1,8
2,2	49,5	5,6	2,4
1,8	49,7	5,9	2,3
1,4	50,1	6,0	2,2
1	50,3	5,9	2,1
0,7	49,9	5,9	2,2
0,4	48,9	6,0	1,2

**Tabelle 3-1: Auswirkung der Verkleinerung einer Probe auf die Reflektometriemessung**

Bei der Betrachtung der Standardabweichung erhält man  $\sqrt{S_d^2} = 0,3 \text{ nm}$  für die Schichtdicke,  $\sqrt{S_{\rho^{\text{el}}}^2} = 0,1 \cdot 10^{23} \text{ cm}^{-3}$  für die Elektronendichte und  $\sqrt{S_G^2} = 0,2 \text{ nm}$  für die Grenzschichtdicke.

### 3.5. Messfehlerbestimmung

Für die verschiedenen Untersuchungsmethoden wurden unterschiedliche Fehler ermittelt. Der Fehler einer symmetrischen 2:1-Messung kann anhand einer Standardprobe bestimmt werden. Es wurde ein Siliziumstandardpulver verwendet, von dem die Tabellenwerte für alle Reflexe bekannt waren. Die folgende Tabelle 3-2 zeigt eine Auswahl der tabellierten Reflexe, welche durch eine Messung überprüft worden sind.

Ebene	Gemessener Winkel $2\theta_m / ^\circ$	Berechnete Gitterkonstante $a_m / \text{nm}$	Tabellierter Winkel $2\theta_t / ^\circ$	Berechnete Gitterkonstante $a_t / \text{nm}$	Abweichung $\Delta a / \text{nm}$
111	28,4432	0,543079	28,443	0,543083	0,000004
220	47,3002	0,543123	47,304	0,543082	0,000041
311	56,1180	0,543134	56,124	0,543081	0,000053
400	69,1358	0,543055	69,132	0,543081	0,000026
331	76,3796	0,543075	76,378	0,543084	0,000010
422	88,0364	0,543065	88,033	0,543081	0,000017
440	106,7246	0,543038	106,712	0,543083	0,000044
531	114,1020	0,543065	114,096	0,543083	0,000018

**Tabelle 3-2: Vergleich der Mess- und Tabellenwerte eines Siliziumstandards**

Die Maximale Abweichung beträgt  $\Delta a_{\text{max}} = 6 \cdot 10^{-5} \text{ nm}$ . Der Fehler für die Bestimmung einer (001)-Orientierungen wurde auf  $\Delta a_{(001)} = \pm 0,0002 \text{ nm}$  erhöht. Da der Abstand des *NiSiAl*- bzw. *NiSiGa*- und des Silizium-Reflexes sehr gering war, haben sich die Reflexe gegenseitig beeinflusst. Es werden keine Angaben zum Fehler der (011)-Orientierungen gemacht, da der Wert der Gitterkonstante wahrscheinlich ein Mittelwert von einer angepassten mit einer



gestauchten Gitterkonstante ist und da die Berechnung über die Annahme eines kubischen Gitters gemacht wurde.

Der Fehler bei der Bestimmung der Gitterkonstanten in (010)- und (100)-Richtung des *NiSiAl* bzw. *NiSiGa* ist größer, da diese Gitterkonstanten berechnet wurden. Es wird ein Fehler von  $\Delta a_{(010),(100)} = 0,0005 \text{ nm}$  festgelegt, da die höchste berechnete Abweichung der Messung einer verkippten Ebene diesen Wert betrug.

Die aus den Messungen zur Reflektometrie (Kap. 3.4) erhaltene Abweichung der Schichtdicke wurde als Fehler übernommen und auf den Wert  $\Delta d = \pm 1 \text{ nm}$  erhöht, da die Oszillationen meist nur sehr schwach ausgeprägt waren. Der Fehler der Elektronendichtebestimmung wurde wegen der Unsicherheit durch die Absorptionseffekte auf  $\Delta \rho^{\text{el}} = \pm 0,5 \text{ cm}^{-3}$  erhöht, da bei dieser Abweichung eine deutliche Verschiebung des Grenzwinkels bei der Simulation bemerkbar wurde. Aus dem Grund der Ausbildung von Stufen beim Übergang zum Silizium-Wafer und der möglichen erhöhten Konzentration des Zusatzstoffes an der Oberfläche wurde der Fehler der Grenzsichtdicke ebenfalls auf  $\Delta S_d = \pm 1 \text{ nm}$  erhöht.

### 3.6. Probenpräparation

Da die Kristallgitter von Silizium und Nickeldisilizid ( $\text{NiSi}_2$ ) eine ähnliche Struktur haben, sollte die Anpassung der Gitterkonstante des  $\text{NiSi}_2$  mittels einer ternären Komponente überprüft werden. Ziel der Probenherstellung war, den Einfluß von Aluminium und Gallium auf das Wachstum von  $\text{NiSi}_2$ -Schichten auf einem Silizium-(001)-Wafer zu untersuchen. Die *NiSiAl*- bzw. *NiSiGa*-Schicht sollte dabei nicht nur eine beliebige Orientierung, sondern dieselbe Orientierung wie der Silizium-Wafer besitzen. Zur Untersuchung dieser Proben ist es wichtig, die Eigenschaften und die Struktur von  $\text{NiSi}_2$  zu kennen.

#### 3.6.1. Nickeldisilizid

Das  $\text{NiSi}_2$  besitzt eine  $\text{CaF}_2$ -Kristallstruktur, dass heißt, in einem kubisch flächenzentrierten Nickel-Gitter befindet sich ein kubisch primitives Silizium-Gitter. Unter Normalbedingungen

beträgt die Gitterkonstante in einer Volumenprobe  $a_{\text{NiSi}_2} = 0,5416 \text{ nm}$ . Diese Gitterstruktur ähnelt der Gitterstruktur von Silizium, welches ein Diamantgitter mit einer Gitterkonstanten von  $a_{\text{Si}} = 0,54309 \text{ nm}$  aufweist [JCP97, 24].

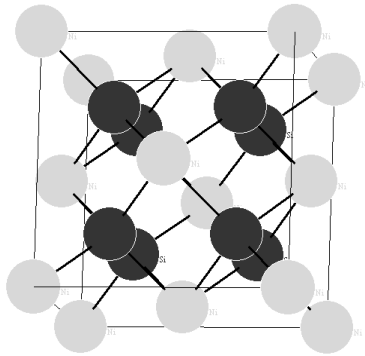


Abbildung 3-7: Nickeldisilizid-Elementarzelle

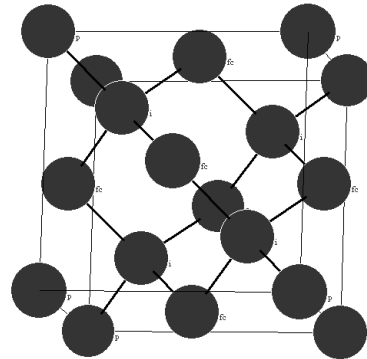


Abbildung 3-8: Silizium-Elementarzelle

Da in der  $\text{NiSi}_2$ -Elementarzelle mehr Atome angeordnet sind, ist die Dichte von  $\text{NiSi}_2$  mit  $\rho_{\text{NiSi}_2} = 4,8 \text{ g/cm}^3$  mehr als doppelt so hoch wie die von Silizium mit  $\rho_{\text{Si}} = 2,3 \text{ g/cm}^3$ . Die höhere Ordnungszahl von Nickel gegenüber Silizium hat natürlich auch Einfluss auf die Elektronendichte von  $\text{NiSi}_2$ , die vor allem bei der Reflektometrie eine Rolle spielt. Die Elektronendichte von  $\text{NiSi}_2$  beträgt mit  $\rho_{\text{NiSi}_2}^{\text{el.}} = 14 \cdot 10^{23} \text{ cm}^{-3}$  etwa das Doppelte der Elektronendichte von Silizium ( $\rho_{\text{Si}}^{\text{el.}} = 7 \cdot 10^{23} \text{ cm}^{-3}$ ).

Die Bildungstemperatur der NiSi-Phase beträgt  $T \approx 350^\circ\text{C}$  und die NiSi-Phase ist bis zu einer Temperatur von  $T \approx 750^\circ\text{C}$  stabil. Oberhalb dieser Temperatur wird bei Siliziumüberschuss die  $\text{NiSi}_2$ -Phase gebildet [Had85, 25]. Die Zugabe von Metallen verändert die Bildungstemperatur von  $\text{NiSi}_2$ . In der Arbeit von Manginck [Man98, 26] sind sowohl eine Erhöhung als auch eine Reduzierung der Beobachtungstemperatur festgestellt worden. Die untersuchten Zusatzmetalle waren Gold, Kobalt und Platin. Bei Zugabe von Aluminium und Gallium ist daher ebenfalls eine Veränderung in der Bildungstemperatur des  $\text{NiSi}_2$  möglich. Da die meisten Proben in dieser Arbeit bei einer Temperatur von  $T > 800^\circ\text{C}$  hergestellt worden sind, ist es wahrscheinlich, dass sich bei diesen Proben  $\text{NiSiAl}$  bzw.  $\text{NiSiGa}$  gebildet hat. Hierbei ist  $\text{NiSiAl}$  das ternäre Silizid mit Aluminiumzusatz ( $\text{NiSi}_{2-x}\text{Al}_x$ ) und  $\text{NiSiGa}$  das ternäre Silizid mit Galliumzusatz ( $\text{NiSi}_{2-x}\text{Ga}_x$ ). Der Siliziumüberschuss ist durch das

Vorhandensein des Wafers bzw. durch das zusätzliche Abscheiden von Silizium gegeben. Im Volumenmaterial konnte Richter [Ric03, 1] eine Gitterparameteranpassung des  $\text{NiSi}_2$ -Gitters an das Siliziumgitter durch Zugabe von Aluminium bzw. Gallium erreichen. In den in dieser Arbeit untersuchten Proben wurde in analoger Weise versucht, die Gitteranpassung auch bei Dünnschichtsystemen zu erzielen.

### 3.6.2. Probenherstellung

Die mit Aluminium angereicherten Proben wurden durch Tempern von Nickel-Aluminium-Mischschichten auf einem Silizium-(001)-Wafer hergestellt. Die Nickel-Aluminium-Mischschichten wurden durch gleichzeitiges Sputtern von Nickel und Aluminium abgeschieden. Dies erfolgte in einer Hochvakuumkammer, deren Basisdruck  $P < 10^{-4} \text{ Pa}$  entsprach und die unter einem Argon-Arbeitsdruck von  $P \approx 2,5 \cdot 10^{-1} \text{ Pa}$  arbeitete. Die Ionen wurden in einem Argon-Arbeitsgas durch eine Gleichspannungs-Plasmaentladung erzeugt. Diese Ionisierung wurde mit Hilfe eines inhomogenen Magnetfeldes verstärkt. Dieser Herstellungsprozess wird als Magnetronsputtern bezeichnet. Das Substrat befindet sich auf einem Probenhalter, der eine Substratrotation ermöglicht. Dadurch wird eine Dichte- und Zusammensetzungshomogenität von über 3% erreicht. Bei der Beschichtung durch ein Nickel- und ein Aluminium-Target musste die Abscheiderate von Nickel an die Rate von Aluminium mit (0,01..0,05) nm/s angepasst werden [Bed05, 27], [Bud04, 28]. Für Vergleichszwecke wurde auch eine reine Nickel-Schicht abgeschieden. Hierbei betrug die Rate (0,1..0,5) nm/s. Die mit diesem Verfahren hergestellten Proben werden im Folgenden mit der Abkürzung CH gekennzeichnet.

Die Herstellung der *NiSiGa*-Proben erfolgte in einer Molekularstrahlepitaxie-Anlage (MBE). Bevor die gewünschten Elemente in einer Ultrahochvakuum-Kammer mit Arbeitsdruck von  $P < 7 \cdot 10^{-8} \text{ Pa}$  abgeschieden worden sind, wurde bei geheiztem Silizium-Substrat mit einer Elektronenstrahlverdampfung Silizium homoepitaktisch abgeschieden. Dieser so genannte Siliziumbuffer überdeckt mögliche Verunreinigungen auf der Oberfläche des Substrats und erzeugt eine glatte, fremdatomfreie Oberfläche für das nachfolgende Aufwachsen der Schicht. Die Abscheidung von Nickel und Silizium wurde mittels Elektronenstrahlverdampfung realisiert. Gallium wurde mit einer Effusionszelle abgeschieden. Der Haftkoeffizient des jeweiligen Stoffes auf dem Silizium-Wafer und die Temperatur, welche über eine

Substratheizung einstellbar war, bestimmen nachhaltig Art und Schnelligkeit des Wachstums. Die Abscheideraten betrugen zwischen (0,01..0,1) nm/s. Eine genauere Beschreibung dieses Verfahrens enthält [All02, 29]. Die Schichten, die auf diese Weise hergestellt worden sind, werden im Weiteren mit einem M gekennzeichnet.

Direkt vor der Einschleusung in die Vakuumkammer wird der Silizium-Wafer zur Säuberung drei Minuten mit 5%-iger HF-Lösung behandelt. Danach durchläuft der Silizium-Wafer fünf Wasserbäder zu jeweils 30 s. Mit diesem Verfahren werden die natürlichen Oxide auf der Oberfläche entfernt und die Reoxidation verlangsamt. Die Reinigung wurde vor beiden Verfahren zur Herstellung der Proben angewandt. Die nach der Abscheidung folgende Temperung der Proben erfolgte unter einer Stickstoffatmosphäre.

### 3.6.3. Aluminium-haltiges Nickeldisilizid

Bei der Serie I handelt es sich um Proben, bei denen ein Nickel-Aluminium-Gemisch auf einen Silizium-(100)-Wafer aufgetragen wurde. Nickel und Aluminium wurden in einem bestimmten Verhältnis abgeschieden und dann bei 900°C getempert.

Probe	Abscheidung von	$\text{NiSi}_{2-x}\text{Al}_x$ x	Temperung bei	Kommentar
CH 564 3/3	Ni	0	900°C	10 – 20 nm Nickel gesputtert
CH 570 3/3	Ni, Al	0,5	900°C	10 nm Nickel gesputtert
CH 579 1/3	Ni, Al	0,25	900°C	20 nm Nickel gesputtert
CH 580 3/3	Ni, Al	0,17	900°C	20 nm Nickel gesputtert
CH 581 3/3	Ni, Al	0,1	900°C	20 nm Nickel gesputtert
CH 596 3/2	Ni, Al	1	900°C	20 nm Nickel gesputtert
CH 597 3/2	Ni, Al	0,33	900°C	20 nm Nickel gesputtert
CH 598 3/2	Ni, Al	0,67	900°C	20 nm Nickel gesputtert

**Tabelle 3-3: Parameter der Probenherstellung von Serie I**

Im Volumenmaterial führte die Zugabe von Aluminium zu einer Vergrößerung der Gitterkonstante des *NiSiAl* (Kap. 3.6.1). Es wurde mit der Serie I untersucht, ob dieses Verhalten auch in einem Dünnschichtsystem festzustellen ist. Die genauen Herstellungsparameter sind in Tabelle 3-3 aufgelistet.

Die Serie II enthält Proben, welche bei 500°C oder gar nicht getempert wurden. Hier sollte die Auswirkung der Temperatur auf die *NiSiAl*-Bildung untersucht werden (Tabelle 3-4).

Probe	Abscheidung von	$\text{NiSi}_{2-x}\text{Al}_x$ x	Temperung bei	Kommentar
CH 564 2/3	Ni	0	-	10 – 20 nm Nickel gesputtert
CH 579 2/3	Ni, Al	0,25	-	10 nm Nickel gesputtert
CH 564 1/2	Ni	0	500°C	10 – 20 nm Nickel gesputtert
CH 579 1/2	Ni, Al	0,25	500°C	20 nm Nickel gesputtert
CH 580 1/2	Ni, Al	0,17	500°C	20 nm Nickel gesputtert

**Tabelle 3-4: Parameter der Probenherstellung von Serie II**

#### 3.6.4. Gallium-angereichertes Nickeldisilizid

Die Proben der Serien III - V wurden mit Hilfe einer MBE-Anlage hergestellt. Hierbei wurde ein Nickel-Gallium-Gemisch abgeschieden. Auf einen Silizium-(100)-Wafer wurden Nickel und Gallium und bei weitem Proben auch Silizium im gewünschten Verhältnis bei Raumtemperatur aufgedampft. Danach erfolgte eine Temperung der Proben in einer Stickstoffatmosphäre. Die genauen Herstellungsbedingungen sind in Tabelle 3-5 aufgelistet.

Serie	Probe	Abscheidung von	$\text{NiSi}_{2-x}\text{Ga}_x$ x	Temperung bei
III	M 875 4/5	Ni	0	800°C
	M 876 4/5	Ni, Ga	0,06	800°C
	M 877 4/5	Ni, Ga	0,12	800°C
	M 879 4/5	Ni, Ga	0,22	800°C
	M 880 4/5	Ni, Ga	0,28	800°C
IV	M 878 3/2	Ni, Ga	0,17	550°C
	M 878 4/2	Ni, Ga	0,17	650°C
	M 878 4/5	Ni, Ga	0,17	800°C
	M 878 3/5	Ni, Ga	0,17	900°C
V	M 899 4/5	Ni, Si, Ga	0	800°C
	M 900 4/5	Ni, Si, Ga	0,06	800°C
	M 901 4/5	Ni, Si, Ga	0,12	800°C
	M 915 4/5	Ni, Si, Ga	0,17	800°C
	M 903 4/5	Ni, Si, Ga	0,22	800°C
	M 929 4/5	Ni, Si, Ga	0,28	800°C

Tabelle 3-5: Herstellungsparameter der Serien III - V

Die Proben der Serien VI und VII wurden ebenfalls durch eine MBE-Anlage hergestellt. Allerdings ist bei diesen Serien bei der Herstellung von  $\text{NiSi}_{2-x}\text{Ga}_x$  auf eine Temperung verzichtet worden. Um ein epitaktisches Aufwachsen zu gewährleisten, wurde der Silizium-Wafer beim Aufdampfen der Schicht auf einer vorgegebenen Substrattemperatur gehalten. Auf einen Silizium-(100)-Wafer wurden diesmal Nickel, Gallium und Silizium gleichzeitig im gewünschten Verhältnis aufgedampft. Die genauen Herstellungsbedingungen sind in Tabelle 3-6 aufgelistet.

Serie	Probe	Abscheidung von	$\text{NiSi}_{2-x}\text{Ga}_x$ x	Wafer Temperatur
VI	M 942	Ni, Si, Ga	0,12	500°C
	M 943	Ni, Si, Ga	0,12	600°C
	M 944	Ni, Si, Ga	0,12	700°C
	M 945	Ni, Si, Ga	0,12	800°C
VII	M 951	Ni, Si, Ga	0	600°C
	M 955	Ni, Si, Ga	0,06	600°C
	M 959	Ni, Si, Ga	0,12	600°C
	M 947	Ni, Si, Ga	0,17	600°C

**Tabelle 3-6: Herstellungsparameter der Serien VI und VII**

Die Serie VIII wurde in einem Template-Verfahren hergestellt. Es wurde eine 0,5 nm dicke Schicht aufgetragen, welche das gleiche Mischungsverhältnis wie die nachfolgende Hauptschicht besaß. Danach wurde eine Temperung bei  $T = 600^\circ\text{C}$  durchgeführt. Bis auf Probe M 995 ließ man die Proben vor der Abscheidung der Hauptschicht abkühlen. Die Parameter der weiteren Schichtherstellung, welche auf einem Substrat mit Raumtemperatur durchgeführt wurde, sind in Tabelle 3-7 aufgelistet.

Serie	Probe	Abscheidung von	$\text{NiSi}_{2-x}\text{Ga}_x$ x	Temperung bei
VIII	M 994	Ni, Si	0	600°C
	M 995	Ni, Si	0	600°C
	M 996	Ni, Si, Ga	0,17	600°C
	M 997	Ni, Si, Ga	0,28	600°C

**Tabelle 3-7: Parameter der Probenherstellung von Serie VIII**

## 4. Darstellung und Auswertung der Messergebnisse

Im Folgenden werden Messungen und die Messergebnisse vorgestellt. Die symmetrischen 2:1-XRD-Messungen und die XRR-Messungen werden für jede Serie gemeinsam besprochen. Daran schließt sich die Dehnungsanalyse an, die nur für wenige Proben durchführbar war.

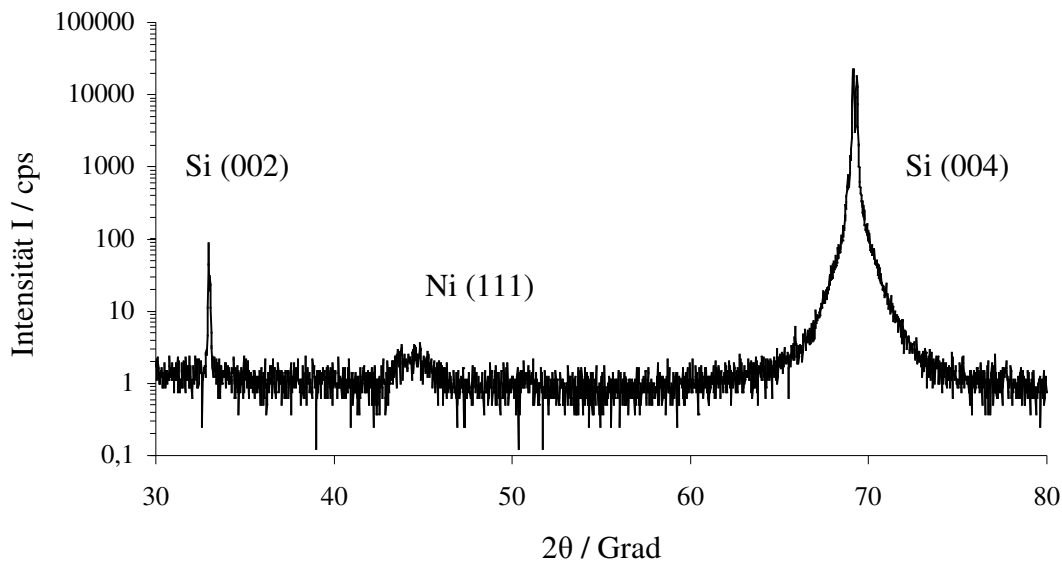


Abbildung 4-1: XRD-Weitwinkelaufnahme der Probe CH 564 3/2

### 4.1. XRD-Messungen an $\text{NiSi}_{2-x}\text{Al}_x$ -Proben

#### 4.1.1. Referenzprobe (CH 564 3/3)

Die Probe CH 564 3/3 wurde als Referenzprobe genutzt, da hier nur Nickel abgeschieden wurde. Anhand dieser Probe konnte festgestellt werden, wie sich  $\text{NiSi}_2$  ohne Zugabe von Zusatzstoffen verhält. Bei XRD-Messungen in BRAGG-BRENTANO-Geometrie am  $\text{NiSi}_2$ -(004)-Reflex ergab sich eine Gitterkonstante in Richtung der Oberflächennormale von  $a_{(001)} = (0,5371 \pm 0,0002) \text{ nm}$  (Abbildung 4-2). Dieser Wert weicht deutlich vom Tabellenwert von  $\text{NiSi}_2$  mit  $a_{\text{NiSi}_2} = 0,5416 \text{ nm}$  ab.



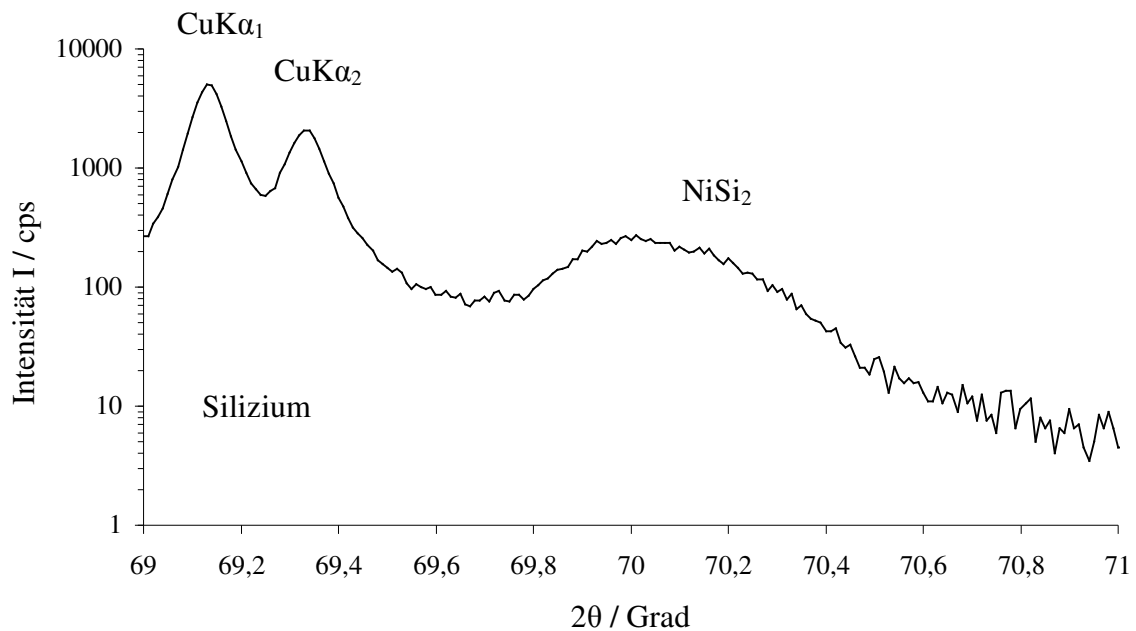


Abbildung 4-2: XRD-Messung der (004)-Reflexe bei Probe CH 564 3/3

Ursache hierfür könnte sein, dass Spannungen beim Aufwachsen des Kristalls auftreten. Spannungen I. Art sind über weite Bereiche der Probe homogen und wirken sich in der Veränderung der Gitterkonstante aus.  $\text{NiSi}_2$  hat die Gitterkonstante in (100)- und (010)-Richtung von Silizium angenommen und diese Dehnung in (001)-Richtung durch eine kleiner Gitterkonstante kompensiert. Dies könnte bedeuten, dass das  $\text{NiSi}_2$  mit einer angepassten Gitterkonstanten aufgewachsen ist und eine hohe Verspannung besitzt. Bestätigung findet man aus Messungen weiterer Ebenen wie z.B. der (113)- und der (331)-Ebene aufgrund des nicht beobachteten  $\text{NiSi}_2$ -Reflexes. Erst bei einer Messung der (026)-Ebene ist eine geringe Schulter neben dem Silizium-Reflex zu erkennen. Geht man von einer quadratischen Grundfläche mit einer Silizium-Gitterkonstante aus, so müsste man die Reflexe der (311)-Ebene des  $\text{NiSi}_2$  bei einem Winkel von  $2\theta_{(311),(131)} = 56,19^\circ$  und der (113)-Ebene bei einem Winkel von  $2\theta_{(113)} = 56,67^\circ$  erhalten. Beide Winkelpositionen liegen zu nahe am Siliziumreflex, um sie getrennt zu messen. Ähnlich verhält es sich bei der (331)-Ebene. Im Fall des (026)-Reflexes liegt dagegen der 2Theta-Wert nach der Berechnung bei  $2\theta_{(026)} = 129,89^\circ$ , weit genug vom Silizium-Reflex entfernt, um getrennt messbar zu sein. Die gemessene Position weicht mit  $2\theta_{(026)} = 129,85^\circ$  nur um  $0,04^\circ$  ab, was im Bereich der Messgenauigkeit liegt. So kommt man zu dem Schluss, dass die Grundfläche der  $\text{NiSi}_2$ -Schicht näherungsweise die Gitterkonstante von Silizium annimmt und dass diese Dehnungen ausgeglichen werden, indem die Gitterkonstante parallel zu Probennormalen reduziert wird.

Untersucht man die Ausrichtung der  $\text{NiSi}_2$ -Kristallite der Probe, so erhält man für den Grad der Texturierung  $\tau = 0,21$ . Berechnungen mit Hilfe der SCHERRER-Formel ergaben eine Korngröße von nur  $D = 19 \text{ nm}$ . Die Domänen kohärenter Streuung sind daher vielfach kleiner als die Schichtdicke. Dies könnte eine mögliche Ursache für den erhöhten Grad der Texturierung sein.

#### 4.1.2. Bei $900^\circ\text{C}$ getemperte Probe: $\text{NiSi}_{1,5}\text{Al}_{0,5}$ (CH 570 3/3)

Die Probe CH 570 3/3 wurde mit einem Aluminiumanteil von 17% hergestellt. Die Genauigkeit des Mischungsverhältnisses beim Herstellungsprozess ist nur im Prozent-Bereich gegeben, das bedeutet, der exakte Aluminiumanteil ist nicht bekannt. Die Probe wurde ebenfalls mit einer symmetrischen 2:1-Messung untersucht. Hierbei ergab die Messung des (004)-Reflexes eine Gitterkonstante von  $a_{(001)} = (0,5382 \pm 0,0002) \text{ nm}$ . Durch die Zugabe von Aluminium wurde das Gitter also aufgeweitet. Allerdings wurde bei Betrachtung der zur Oberfläche verkippten Ebenen wie der (113)-, (331)- und der (224)-Ebene festgestellt, dass die Gitterkonstanten in der Probenebene nicht mit dem Wert von Silizium übereinstimmen (Abbildung 4-3, Abbildung 4-4). Auch bei der Annahme kubisch wachsender  $\text{NiSiAl}$ -Kristallite erhält man keine Übereinstimmung (Tabelle 4-1).

Ebene	Gemessener 2 $\theta$ -Winkel	Berechneter 2 $\theta$ -Winkel für angepasstes Wachstum	Berechneter 2 $\theta$ -Winkel für kubisches $\text{NiSiAl}$
311, 131	55,66°	56,17	56,67
113	56,20°	56,57	56,67
331	75,73°	76,42	77,19
422, 242	87,28°	88,20	89,03
224	88,35°	88,70	89,03

**Tabelle 4-1: Beobachtete und mit den Gitterkonstanten  $a_{(100),(010)} = 0,5431 \text{ nm}$  und  $a_{(001)} = 0,5382 \text{ nm}$  bzw.  $a = 0,5382 \text{ nm}$  berechnete Winkel bei Probe CH 570 3/3**

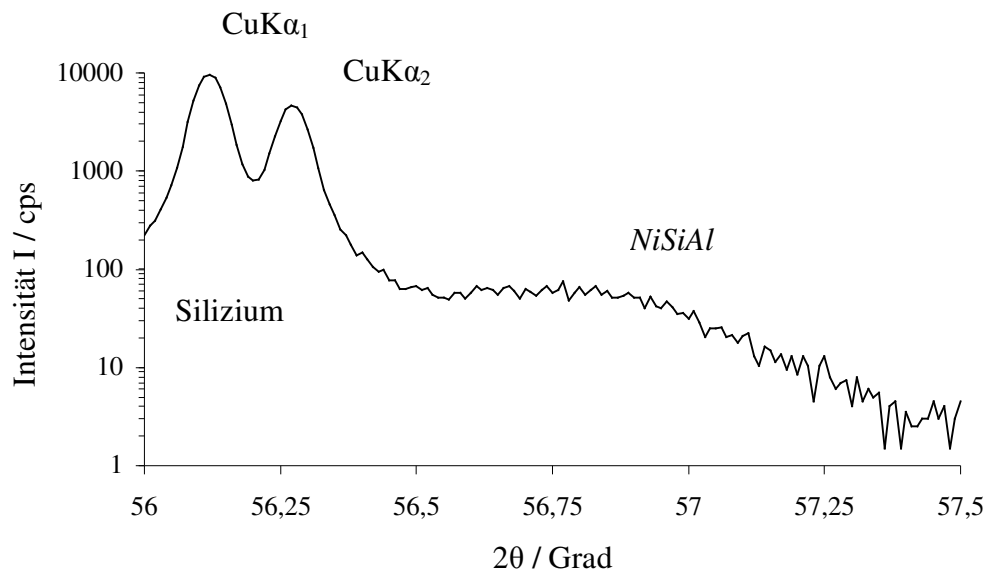


Abbildung 4-3: XRD-Messung des (113)-Reflexes bei Probe CH 579 1/3

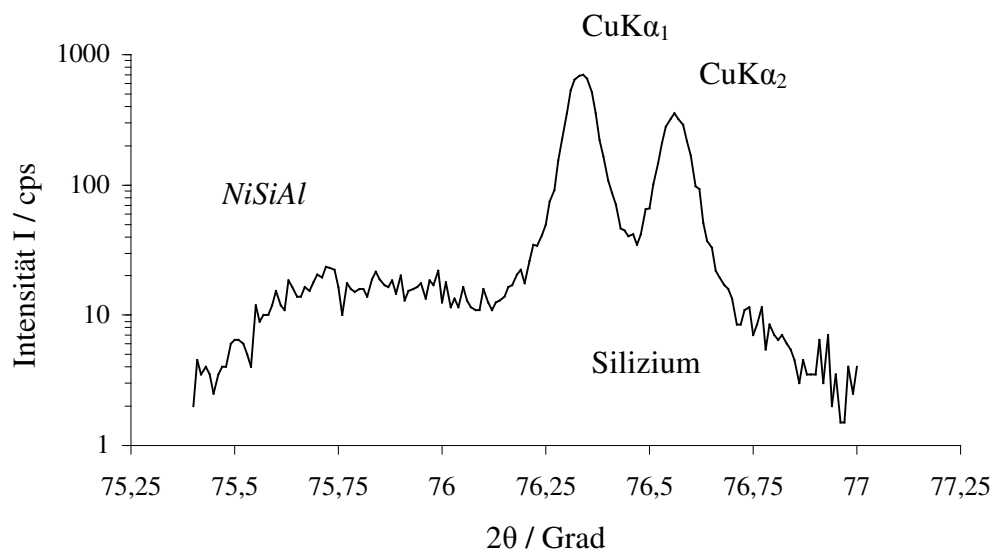


Abbildung 4-4: XRD-Messung des (331)-Reflexes bei Probe CH 579 1/3

Die Gitterkonstanten mit der kleinsten Abweichung für alle Winkel der verkippten Ebenen (Tabelle 4-2) besaßen den Wert  $a_{(100),(010)} = (0,5482 \pm 0,0005) \text{ nm}$  unter der Voraussetzung der gemessenen Gitterkonstante in (001)-Richtung von  $a_{(001)} = 0,5382 \text{ nm}$ . Die Grundfläche kann durchaus annähernd als quadratisch angesehen werden, da sich bei der Betrachtung der Ebenen (311) und (131) keine auffallenden Abweichungen zeigten. Auch bei dieser Probe ist

der Grad der Texturierung mit  $\tau = 0,19$  klein. Das bedeutet, dass die Kristallite auch in der Probenebene eine sehr hohe Orientierung aufweisen.

Ebene	Berechneter 2 $\theta$ -Winkel	Gemessener 2 $\theta$ -Winkel
311, 131	55,66°	55,66°
113	56,47°	56,20°
331	75,63°	75,73°
422, 242	87,34°	87,28°
224	88,36°	88,35°

**Tabelle 4-2: Beobachtete und mit den Gitterkonstanten  $a_{(100),(010)} = 0,5482$  nm und  $a_{(001)} = 0,5382$  nm berechnete Winkel bei Probe CH 570 3/3**

#### **4.1.3. Bei 900°C getemperte Probe: $\text{NiSi}_{1,75}\text{Al}_{0,25}$ (CH 579 1/3)**

Die Probe CH 579 1/3 enthält 8% Aluminium. Nach Ergebnissen von K. W. Richter [Ric03, 1] ist dies das optimale Verhältnis von Nickel und Aluminium in einer Volumenprobe, um  $\text{NiSiAl}$  mit einer Gitterkonstante wachsen zu lassen, die der von Silizium entspricht. Bei der XRD-Messung in BRAGG-BRENTANO-Geometrie ergab die Gitterkonstante parallel zur Oberflächennormalen  $a_{(001)} = (0,5365 \pm 0,0002)$  nm. Bei dieser Probe wurden die Netzebenen (311), (113), (331) und (220) zur Bestimmung der Gitterkonstanten in der Probenebene vermessen. Auch bei dem Vergleich der (311)- und der (131)-Ebene stellte sich heraus, dass die Grundfläche des  $\text{NiSiAl}$ -Gitters nahezu quadratisch ist. Im Bereich der Messsicherheit war keine Veränderung festzustellen. Nach Betrachtung der oben genannten Ebenen ergab sich eine Gitterkonstante der Grundfläche von  $a_{(100),(010)} = (0,5475 \pm 0,0005)$  nm. Hier zeigte sich bei der Rotation ein Texturgrad von  $\tau = 0,08$ . Die Probe CH 579 3/3 zeigt also ein sehr stark epitaktisches Wachstum.

Ebene	Berechneter 2 $\theta$ -Winkel	Gemessener 2 $\theta$ -Winkel
311, 131	55,74°	55,72°
113	56,65°	56,68°
331	75,75°	75,74°
022, 202	47,41°	47,48°

**Tabelle 4-3: Beobachtete und mit den Gitterkonstanten  $a_{(100),(010)} = 0,5475$  nm und  $a_{(001)} = 0,5365$  nm berechnete Winkel bei Probe CH 579 1/3**

#### 4.1.4. Bei 900°C getemperte Probe: $\text{NiSi}_{1,83}\text{Al}_{0,17}$ (CH 580 3/3)

Bei der Probe CH 580 3/3 wurde der Aluminium-Anteil weiter auf 6% gesenkt. Durch die geringe Veränderung zur Probe CH 579 1/3 war auch nur eine geringe Änderung der Gitterkonstanten zu erwarten. Dieses zeigt auch die XRD-Messung des  $\text{NiSiAl}$ -(004)-Reflexes. Man erhält eine Gitterkonstante von  $a_{(001)} = (0,5362 \pm 0,0002)$  nm.

Bei der Messung der (133)-Orientierung bzw. (313)-Orientierung sind keine Reflexe des  $\text{NiSiAl}$  beobachtet worden und auch bei den Ebenen (311) und (422) konnten nur begrenzt Reflexe gemessen werden. Man erhält aus den vermessenen Ebenen eine Gitterkonstante der Grundfläche von  $a_{(100),(010)} = (0,5464 \pm 0,0005)$  nm.

Ebene	Berechneter 2 $\theta$ -Winkel	Gemessener 2 $\theta$ -Winkel
113	56,70°	56,70°
311, 131	55,86°	55,81°
331	75,92°	79,98°
224	88,76°	88,80°
422, 242	87,71°	87,68°

**Tabelle 4-4: Beobachtete und mit den Gitterkonstanten  $a_{(100),(010)} = 0,5464$  nm und  $a_{(001)} = 0,5362$  nm berechnete Winkel bei Probe CH 580 3/3**

#### 4.1.5. Bei 900°C getemperte Probe: NiSi<sub>1,9</sub>Al<sub>0,1</sub> (CH 581 3/3)

Die Probe CH 581 3/3 wurde mit nur 3% Aluminium versehen und ist damit die Probe mit dem kleinsten Aluminiumgehalt. Die XRD-Messung der NiSiAl-(004)-Ebene ergab eine Gitterkonstante von  $a_{(001)} = (0,5349 \pm 0,0002)$  nm. Es wurden zusätzlich die Ebenen (311), (113), (331), (133) und (422) betrachtet. Aus diesen Betrachtungen heraus konnten die Gitterkonstanten der Grundfläche der NiSiAl-Elementarzelle mit  $a_{(100),(010)} = (0,5451 \pm 0,0005)$  nm bestimmt werden. Obwohl einige der Reflexe durch Silizium überstrahlt werden, kann man die Gitterkonstanten der Grundfläche immer noch mit relativ guter Genauigkeit angeben. Dies bedeutet, dass auch mit wenigen messbaren Reflexen die Gitterkonstante der Grundfläche bestimmbar ist.

Ebene	Berechneter 2 $\theta$ -Winkel	Gemessener 2 $\theta$ -Winkel
311, 131	56,00°	Schulter bei 56,00°
113	56,85°	56,95
133, 313	76,86°	Nicht sichtbar
331	76,14°	Nicht sichtbar
422, 242	89,03°	89,20°

**Tabelle 4-5: Beobachtete und mit den Gitterkonstanten  $a_{(100),(010)} = 0,5451$  nm und  $a_{(001)} = 0,5349$  nm berechnete Winkel bei Probe CH 581 3/3**

#### 4.1.6. Bei 900°C getemperte Probe: NiSiAl (CH 596 3/2)

Da die Gitterkonstanten der vorhergehenden Proben immer noch weit von dem Wert für Silizium abweichen, wurde bei der Probe CH 596 3/2 der Aluminium-Anteil auf 33% erhöht. Bei den XRD mit symmetrischer 2:1-Achsengeometrie an den Ebenen (004), (331) und (022) wurden keine Anzeichen für einen NiSi<sub>2</sub>-Reflex mit (001)-Orientierung entdeckt. Damit ist CH 596 3/2 die einzige Probe, auf welcher kein (001)-orientiertes Wachstum festgestellt wurde. Allerdings wurde eine stark texturierte (110)-Orientierung gefunden. Bei Annahme einer kubischen Elementarzelle entspräche dies einer Gitterkonstanten von  $a = 0,5448$  nm.

#### 4.1.7. Bei 900°C getemperte Probe: $\text{NiSi}_{1,67}\text{Al}_{0,33}$ (CH 597 3/2)

Die Probe CH 597 3/2 wurde mit 11% Aluminiumgehalt hergestellt, um das Verhalten der *NiSiAl*-Schicht zwischen den schon bekannten Proben CH 570 3/3 und CH 579 1/3 zu untersuchen. Die XRD-Messung der (004)-Ebene ergibt eine Gitterkonstante von  $a_{(001)} = (0,5362 \pm 0,0002) \text{ nm}$ . Betrachtet man die Ebenen (113), (331) und (022) so erhält man mit der Annahme einer quadratischen Grundfläche  $a_{(100),(010)} = (0,5470 \pm 0,0005) \text{ nm}$  für die *NiSiAl*-Elementarzelle.

Ebene	Berechneter 2 $\theta$ -Winkel	Gemessener 2 $\theta$ -Winkel
113	56,69°	56,71°
331	75,83°	75,82°
202, 022	47,45°	47,47°

**Tabelle 4-6: Beobachtete und mit den Gitterkonstanten  $a_{(100),(010)} = 0,5470 \text{ nm}$  und  $a_{(001)} = 0,5362 \text{ nm}$  berechnete Winkel bei Probe CH 597 3/2**

#### 4.1.8. Bei 900°C getemperte Probe: $\text{NiSi}_{1,33}\text{Al}_{0,67}$ (CH 598 3/2)

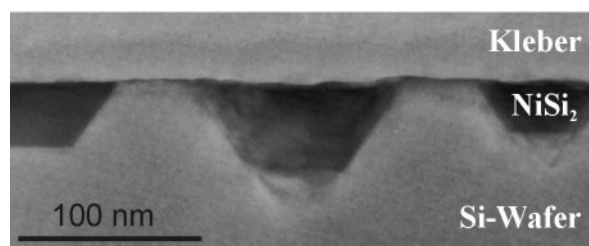
Die letzte Probe der ersten Serie wurde mit 22% Aluminiumgehalt hergestellt. Die Standardmessung des (004)-Reflexes ergab eine Gitterkonstante der Vorzugsorientierung von  $a_{(001)} = (0,5388 \pm 0,0002) \text{ nm}$ . Bei dieser Probe wurden neben den Ebenen (311) und (331) auch Ebenen mit großen Indizes gemessen. Der Nachteil der Betrachtung der Ebenen (511), (531) und (620) ist die relativ schwache Intensität der Reflexe. Der große Vorteil jedoch ist die Vergrößerung des Abstandes des *NiSiAl*-Reflexes zum Silizium-Reflex. Die Ebenen lieferten eine Gitterkonstante von  $a_{(100),(010)} = (0,5487 \pm 0,0005) \text{ nm}$  in der Probenebene.

Ebene	Berechneter 2 $\theta$ -Winkel	Gemessener 2 $\theta$ -Winkel
113	56,41°	56,39°
311, 131	55,60°	55,58°
331	75,54°	75,55°
133, 313	76,23°	Schulter bei 76,33°
115	95,78°	Schulter bei 95,75°
511, 151	93,77°	93,72°
153, 513	113,12°	113,19°
351, 531	112,40°	112,39°
206, 026	128,99°	128,98°
602, 062	125,63°	125,60°

**Tabelle 4-7: Beobachtete und mit den Gitterkonstanten  $a_{(100),(010)} = 0,5487$  nm und  $a_{(901)} = 0,5388$  nm berechnete Winkel bei Probe CH 598 3/2**

## 4.2. XRR-Messung von $\text{NiSi}_{2-x}\text{Al}_x$

Die Untersuchungen der Referenzprobe CH 564 3/3 mittels XRR-Messungen ergaben eine Elektronendichte der  $\text{NiSi}_2$ -Schicht von  $\rho_{\text{CH 564 3/3}}^{\text{el.}} = (12,1 \pm 0,5) \cdot 10^{23} \text{ cm}^{-3}$ . Dieser Wert weicht geringfügig von dem Tabellenwert von  $\rho_{\text{NiSi}_2}^{\text{el.}} = 14 \cdot 10^{23} \text{ cm}^{-3}$  ab. Die Ursache hierfür wird darin vermutet, dass der Röntgenstrahl über die Silizium-Stufen mit geringer Elektronendichte und  $\text{NiSi}_2$  in der gesamten eingestrahlten Probenfläche mittelt.



**Abbildung 4-5: TEM-Aufnahme des Querschnitts der Probe CH 564 3/3**



In der TEM-Querschnittsaufnahme (Abbildung 4-5) sieht man Inseln von  $\text{NiSi}_2$ , die in den Wafer gewachsen sind. Dieses wird durch die gemessene Unebenheit der Schicht beim Übergang zum Silizium-Wafer bei der Reflektometrie mit einer Grenzschichtdicke von mindestens  $d_{\text{Wafer} \rightarrow \text{NiSi}_2} = 23 \text{ nm}$  bestätigt. Diese dicken Grenzschichten führen dazu, dass der Röntgenstrahl sowohl von Silizium als auch von  $\text{NiSi}_2$  gebeugt wird und so im Mittel eine geringere Elektronendichte gemessen wird. Weiter zeigen die XRR-Untersuchungen, dass die Grenzschichtdicke zu Luft  $d_{\text{NiSi}_2 \rightarrow \text{Luft}} = (15 \pm 1) \text{ nm}$  beträgt. Diese ist auf eine entsprechende Rauigkeit bzw. auf das Vorhandensein einer Deckschicht zurückzuführen. Daher wird auch an der Oberfläche ein Mittelwert aus Luft und  $\text{NiSi}_2$  gebildet. Aus den Herstellungsbedingungen wurde abgeleitet, dass die  $\text{NiSi}_2$ -Schichtdicke  $d_{\text{NiSi}_2} = 60 \text{ nm}$  beträgt.

Da wegen der großen Unebenheiten der Schicht beim Übergang zum Silizium-Wafer und der Rauigkeit keine Fringes gemessen wurden, konnte die Gesamtdicke der Probe mit der Reflektometrie nicht ermittelt und musste daher anhand der Aufdampfbedingungen abgeschätzt werden.

Probe	Schichtdicke $d / \text{nm}$	Elektronendichte $\rho^{\text{el}} / 10^{23} \text{ cm}^{-3}$	Grenzschichtdicke	
			<i>NiSiAl</i> zu Luft $S_d / \text{nm}$	<i>NiSiAl</i> zu Wafer $S_d / \text{nm}$
CH 564 3/3	60	12,1	15	23
CH 570 3/3	45	13,1	16	4
CH 579 1/3	81	13,5	23	7
CH 580 3/3	78	13,5	25	10
CH 581 3/3	76	13,8	24	11
CH 596 3/2	76	13,5	49	18
CH 597 3/2	82	13,5	21	8
CH 598 3/2	80	13,5	35	10

**Tabelle 4-8: Ergebnisse der XRR-Auswertung der Serie I**

Die Reflektometriemessungen der restlichen Proben (Tabelle 4-8) der ersten Serie ergaben keine großen Variationen der Elektronendichten. Nur die Grenzschichtdicken wiesen starke

Schwankungen auf. Die Schichtdicken waren wegen schwach ausgeprägter Fringes aufgrund der hohen Unebenheiten sowohl beim Übergang zu Luft als auch beim Übergang zum Silizium-Wafer nicht exakt zu bestimmen.

### 4.3. Einfluss der Temperung von Nickel-Aluminium-Mischschichten

Die Serie II besteht aus Proben, welche nicht oder bei 500°C getempert worden sind. Die Probebezeichnung CH 654 kennzeichnet auch hier die Referenzprobe ohne Aluminium. Die ungetemperten Proben wiesen beide eine kristalline Nickelschicht auf. Auf weitere Untersuchungen des Nickelkristalls wurde verzichtet, da keine Erkenntnisse über *NiSiAl*-Schichten gewonnen werden konnten. Die Ergebnisse wurden durch Reflektometrie-messungen überprüft.

Probe	Schichtdicke $d / \text{nm}$	Elektronendichte $\rho^{\text{el}} / 10^{23} \text{cm}^{-3}$	Grenzschichtdicke	
			Ni zu Luft $S_d / \text{nm}$	Ni zu Wafer $S_d / \text{nm}$
CH 564 2/3	13	25,6	5	4
CH 579 2/3	31	19,6	9	2

**Tabelle 4-9: XRR-Messungen an ungetemperten Proben**

Die Elektronendichte von Nickel  $\rho_{\text{Ni}}^{\text{el}} = 25,6 \cdot 10^{23} \text{cm}^{-3}$  ist bei der Probe CH 564 2/3 bestätigt worden, da man eine gute Übereinstimmung mit den Messwerten erhielt. Auch die Schichtdicke stimmt mit den Herstellungsangaben überein. Nimmt man bei der Probe CH 579 2/3 eine statistische Verteilung des Aluminiums an, so erhält man für die Elektronendichte den Wert  $\rho_{\text{Ni}_{0,75}\text{Al}_{0,25}}^{\text{el}} = 21,4 \cdot 10^{23} \text{cm}^{-3}$ . Auch diese Reduzierung der Elektronendichte konnte beobachtet werden.

Bei der Untersuchung der bei 500°C getemperten Proben konnte eine *NiSiAl*-Schicht mit (001)-Orientierung festgestellt werden. Allerdings sind neben dem ternären Silizid besonders bei den Proben mit Aluminium noch weitere Phasen beobachtet worden, die aufgrund der wenigen gefundenen Reflexe nicht eindeutig zugeordnet werden konnten. Dennoch zeigen sie

deutlich, dass die Umwandlung des aufgetragenen Nickels zu  $\text{NiSi}_2$  noch nicht vollständig abgeschlossen ist. Bei der Probe CH 564 1/2 ist der (004)-Reflex nicht gefunden worden. Nach den Berechnungen auf der Grundlage des gemessenen (002)-Reflexes kann davon ausgegangen werden, dass der  $\text{NiSi}_2$ -(004)-Reflex vom Silizium-Reflex überlagert wird.

Probe	Gitterkonstante $a_{(001)} / \text{nm}$	Korngröße $D_{\text{SCHERRER}} / \text{nm}$	Grad der Texturierung T
CH 564 1/2	0,5485	6	?
CH 579 1/2	0,5351	21	0,15
CH 580 1/2	0,5362	17	0,08

**Tabelle 4-10: Ergebnisse der XRD-Messungen der Serie II**

Die Reflektometriemessungen ergaben eine kleinere Schichtdicke, als durch die Herstellungsparameter für eine  $\text{NiSiAl}$ -Schicht erwartet worden sind. Die gemessene Elektronendichte entspricht einer  $\text{NiSi}$ -Phase. Die geringe Herstellungstemperatur ermöglicht diese Phase durchaus. Das bedeutet, dass die angegebene Schichtdicke die Dicke der  $\text{NiSi}$ -Schicht ist. Über die  $\text{NiSiAl}$ -Phase konnten aufgrund der großen Grenzsichtdicken keine genauen Parameter ermittelt werden.

Probe	Schichtdicke $d / \text{nm}$	Elektronendichte $\rho^{\text{el}} / 10^{23} \text{cm}^{-3}$	Grenzsichtdicke	
			NiSi zu Luft $S_d / \text{nm}$	$\text{NiSiAl}$ zu Wafer $S_d / \text{nm}$
CH 564 1/2	24	17,4	9	8
CH 579 1/2	17	17,4	10	9
CH 580 1/2	12	17,4	10	14

**Tabelle 4-11: Ergebnisse der XRR-Auswertung der Serie II**

#### 4.4. Gallium-haltiges NiSi<sub>2</sub>

An den Proben der Serien III - V konnten nur die Netzebenen (002), (004) und (006) oder (022), d.h. die zur Oberfläche parallel liegenden Ebenen, ausgewertet werden. Andere Reflexe des *NiSiGa* sind zu intensitätsschwach und liegen wahrscheinlich zu nahe an den Siliziumreflexen, so dass sie nicht beobachtet werden können.

##### 4.4.1. Variation der Nickel-Gallium-Mischschichten (Serie III)

Die Serie III wurde hergestellt, um das Verhalten der *NiSiGa*-Schicht in Abhängigkeit von der Galliumkonzentration zu untersuchen. Die Gitterkonstanten aller Proben der Serie III liegen unterhalb des Wertes des Volumenmaterials. Es ist also davon auszugehen, dass das *NiSiGa*-Gitter verformt wurde. Hierzu muss allerdings angefügt werden, dass die Proben M 876 4/5 bis M 879 4/5 eine (011)-Orientierung besitzen. Die angegebenen Gitterkonstanten sind unter der Voraussetzung eines kubischen NiSi<sub>2</sub>-Gitters berechnet worden. Die Unsicherheit für die Gitterkonstante ist folglich größer als bei einer Probe mit (001)-Orientierung, da hier nur eine Richtung des Gitters vermessen wird. Die größeren Werte der Gitterkonstante der (011)-Orientierung lassen sich durch die Mittelung der angepassten Gitterkonstante und der durch Spannungen verkleinerten Gitterkonstante erklären. Da die Orientierung (011) nicht erwünscht ist, werden die ermittelten Werte als grobe Einschätzung betrachtet und die Proben wurden daher nicht näher vermessen.

Probe	Gitterkonstante $a_{(001)} / \text{nm}$	Korngröße $D_{\text{SCHERRER}} / \text{nm}$	Grad der Texturierung $\tau$
M 875 4/5	0,5372	46	0,10
M 876 4/5	0,5381	80	0,05
M 877 4/5	0,5402	63	0,11
M 879 4/5	0,5407	65	0,12
M 880 4/5	0,5392	37	0,43

**Tabelle 4-12: Ergebnisse der XRD-Messungen der Serie III**

Bei der Betrachtung der Rotationsmessung an der BRAGG-Position des Reflexes größter Intensität, also der (022)-Reflex bei (011)-Orientierung und der (004)-Reflex bei (001)-Orientierung, ist erkennbar, dass die Schichten eine hohe Ordnung aufweisen. Dennoch ist die Korngröße, nach der Formel von SCHERRER berechnet, relativ klein.

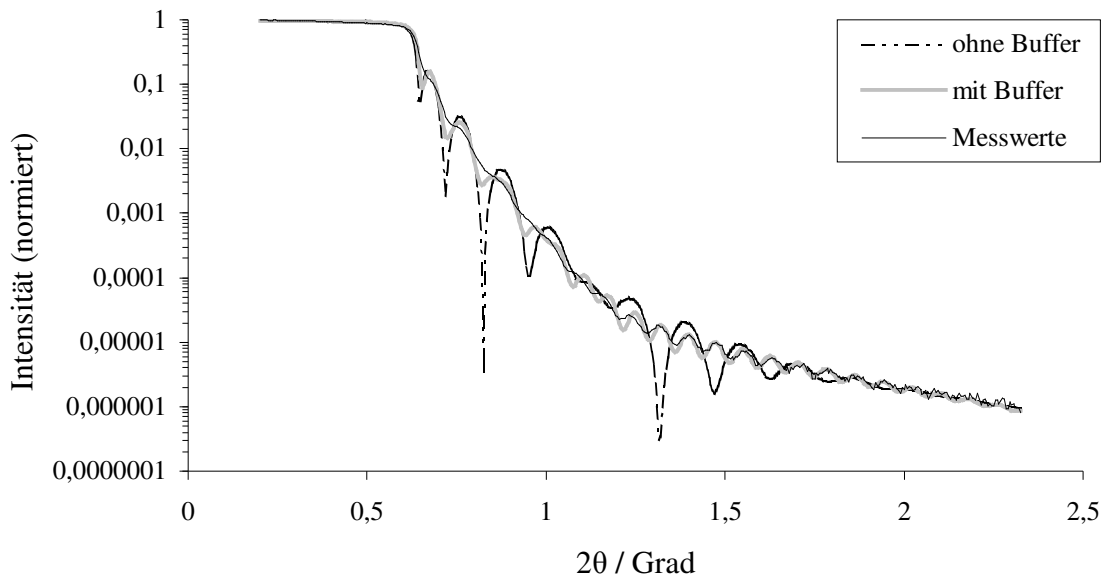


Abbildung 4-6: XRR-Auswertung der Probe M 879 4/5

Wertet man bei der XRR-Messung die Fringes aus (Abbildung 4-6), so erkennt man, dass die Schichten wesentlich dicker als  $d = 50 \text{ nm}$  sein müssen. Es ist aber nur Nickel für eine Schichtdicke von  $d_{\text{NiSi}_2} \approx 50 \text{ nm}$  aufgetragen worden. Es wird daher vermutet, dass der Silizium-Buffer, der vorher zur Glättung des Wafers aufgetragen wurde, einen Elektronendichteunterschied zum Silizium-Wafer aufweist. Somit erscheint er als eine zusätzliche Schicht im Modell und erhöht die Gesamtdicke der Probe. Es sind leider keine genauen Angaben der Schichtdicke möglich. Bei diesen Proben ist aufgefallen, dass man die Einzelschichtdicken in gewissen Grenzen verändern kann, wenn man die Gesamtschichtdicke festhält. Daher ist der Wert festgehalten worden, der aus den Herstellungsbedingungen resultiert. Die Fringes der Buffer-Schicht sind wegen der höheren Absorption durch die *NiSiGa*-Schicht erst bei größeren Winkeln sichtbar [Bru99, 7]. Daher kann bei der Probe M 880 4/5 eine leichte Tendenz zu einer größeren Schichtdicke festgestellt werden.

Probe	Schichtdicke $d / \text{nm}$	Elektronendichte $\rho^{\text{el}} / 10^{23} \text{cm}^{-3}$	Grenzschichtdicke	
			<i>NiSiGa</i> zu Luft $S_d / \text{nm}$	<i>NiSiGa</i> zu Wafer $S_d / \text{nm}$
M 875 4/5	50	12,0	14	23
M 876 4/5	50	11,9	11	20
M 877 4/5	50	13,4	10	15
M 879 4/5	50	14,0	9	8
M 880 4/5	55	14,0	10	11

Tabelle 4-13: Ergebnisse der XRR-Auswertung der Serie III

Im Gegensatz zur Gitterkonstante variiert die Elektronendichte relativ stark. Dies bedeutet eine Schwankung in der Elektronendichte der *NiSiGa*-Schicht, da bei XRD-Messungen Reflexe des *NiSiGa* beobachtet wurden, sodass eine *NiSiGa*-Phase vorliegen muss. Die Ursache für die leichte Abweichung in der Elektronendichte bei Probe M 877 4/5 vom theoretischen Wert der *NiSiGa*-Phase könnte in einer Konzentrationsschwankung der ternären Komponente liegen. Bei den Proben M 875 4/5 und M 876 4/5 ist die Abweichung zu stark. Hier könnte die Ursache in der Inhomogenität der Schicht liegen. Eine mögliche Ursache für diese Inhomogenität ist die Ausbildung von mehreren Nanometer hohen  $\text{NiSi}_2$ -Stufen zum Wafer. Die großen Grenzschichtdicken beim Übergang zum Wafer bestätigen dieses Wachstum.

#### 4.4.2. Temperaturvariation bei der Temperung (Serie IV)

Bei der Serie IV ist die Abhängigkeit von der Temperatur des Temperprozesses untersucht worden. Der Galliumgehalt wurde auf den im Volumenmaterial optimalen Wert von  $x = 0,17$  gesetzt. Hierbei konnte festgestellt werden, dass die Temperatur einen wesentlichen Einfluss auf die Textur der Schicht hat. Alle Proben zeigen eine (011)-Orientierung und weichen damit von dem erstrebten Ziel einer (001)-Orientierung ab. Obgleich aus diesem Grund die Gitterkonstante nur ein Orientierungswert ist, wurde nur bei der Probe M 878 3/2 eine größere Abweichung zu der Gitterkonstante der anderen Proben dieser Serie festgestellt.

Probe	Gitterkonstante $a / \text{nm}$	Korngröße $D_{\text{SCHERRER}} / \text{nm}$	Grad der Texturierung $\tau$
M 878 3/2	0,5424	30	1,00
M 878 4/2	0,5403	71	0,07
M 878 4/5	0,5403	66	0,06
M 878 3/5	0,5409	142	1,00

Tabelle 4-14: Ergebnisse der XRD-Messungen der Serie IV

Anders verhält es sich bei der Korngröße nach SCHERRER und dem Grad der Texturierung. Hier ist auffällig, dass die Parameter der Proben dieser Serie große Abweichungen untereinander zeigen. Die Ursache für die Textur und das abweichende Verhalten der Gitterkonstante könnte bei der Probe M 878 3/2 in dem Vorhandensein einer nickelreichen Phase wie z. B. einer NiSi-Phase liegen. Diese Vermutung kann mit der Reflektometrie anhand der erhöhten Elektronendichte bestätigt werden (Tabelle 4-15). Das Vorhandensein einer abweichenden Gitterstruktur verhindert die Bildung hoch orientierter Strukturen und das gitterangepasste Wachstum des *NiSiGa*. Die Körner des *NiSiGa* nehmen die Gitterkonstante des Volumenmaterials ( $a_{\text{NiSi}_2} = 0,5416 \text{ nm}$ ) an, welche durch die Zugabe von Gallium aufgeweitet ist.

Probe	Schichtdicke $d / \text{nm}$	Elektronendichte $\rho^{\text{el}} / 10^{23} \text{ cm}^{-3}$	Grenzschichtdicke	
			<i>NiSiGa</i> zu Luft $S_d / \text{nm}$	<i>NiSiGa</i> zu Wafer $S_d / \text{nm}$
M 878 3/2	38	15,4	12	10
M 878 4/2	48	13,6	12	14
M 878 4/5	48	13,6	10	16
M 878 3/5	48	10,8	12	38

Tabelle 4-15: Ergebnisse der XRR-Auswertung der Serie IV

Auch bei diesen Proben wurde eine doppelt so große Anzahl von Fringes beobachtet, als man es von einer 50 nm dicken NiSi<sub>2</sub>-Schicht allein erwartet. Allerdings konnte hier die

Schichtdicke näher eingegrenzt werden. Die geringe Schichtdicke der Probe M 878 3/2 lässt sich ebenfalls durch eine nickelreiche Phase erklären, da die Elementarzelle des NiSi ein geringeres Volumen einnimmt. Die Elektronendichte bei den Proben M 878 4/2 und M 878 4/5 weist auf eine *NiSiGa*-Schicht hin. Die Abweichung in der Elektronendichte bei der Probe M 878 3/5 deutet auf Löcher in der Schicht oder die Bildung von *NiSiGa*-Stufen hin. Das Wachstum der Stufen kann durch die große Grenzsichtdicke zum Wafer bestätigt werden. Die relativ geringe Grenzsichtdicke zu Luft widerspricht dem Vorhandensein von ausgeprägten Fehlstellen in der Schicht. Vermutlich liegen hier Anreicherungen der ternären Komponente vor.

#### 4.4.3. Variation der Nickel-Gallium-Silizium-Mischschichten (Serie V)

Bei dieser Serie wurden Nickel, Gallium und Silizium gleichzeitig in den gewünschten Verhältnissen abgeschieden. Die Probe M 929 4/5 nimmt hier eine Sonderstellung ein. Die *NiSiGa*-Schichten aller Proben weisen eine (001)-Orientierung auf, zusätzlich gibt es bei der Probe M 929 4/5 neben dieser Ausrichtung noch eine (011)-Orientierung, d.h. es treten Domänen mit unterschiedlicher Kristallorientierung nebeneinander auf. Bei beiden Reflexen ist die Intensität jedoch so schwach, dass keine eindeutige Aussage über den Grad der Texturierung getroffen werden kann. Das Vorhandensein zweier Kristallorientierungen beeinträchtigt das Wachstum der Körner, sodass die Korngröße kleiner als bei anderen Proben dieser Serie ist (Tabelle 4-16).

Probe	Gitterkonstante $a_{(001)} / \text{nm}$	Korngröße $D_{\text{SCHERRER}} / \text{nm}$	Grad der Texturierung $\tau$
M 899 4/5	0,5366	43	1,00
M 900 4/5	0,5369	43	0,38
M 901 4/5	0,5374	42	0,27
M 915 4/5	0,5383	42	1,00
M 903 4/5	0,5384	42	1,00
M 929 4/5	0,5394	35	nicht messbar

Tabelle 4-16: Ergebnisse der XRD-Messungen der Serie V



Geht man von einem kubischen Gitter aus, so beträgt die Gitterkonstante der (011)-Orientierung bzw. des polykristallinen Bereichs  $a_{(011)}^{M929\ 4/5} = (0,5417 \pm 0,0002) \text{ nm}$ . Da diese Gitterkonstante der von  $\text{NiSi}_2$  entspricht, wird angenommen, dass die Schicht zum Teil polykristallin ist und nicht (011)-orientiert. Die Tendenz zur Vergrößerung der Gitterkonstante ist auf die Gallium-Zugabe zurückzuführen. Sie ist aber generell kleiner als die Gitterkonstante im Volumenmaterial. Es ist also davon auszugehen, dass das  $\text{NiSiGa}$ -Gitter verformt wurde.

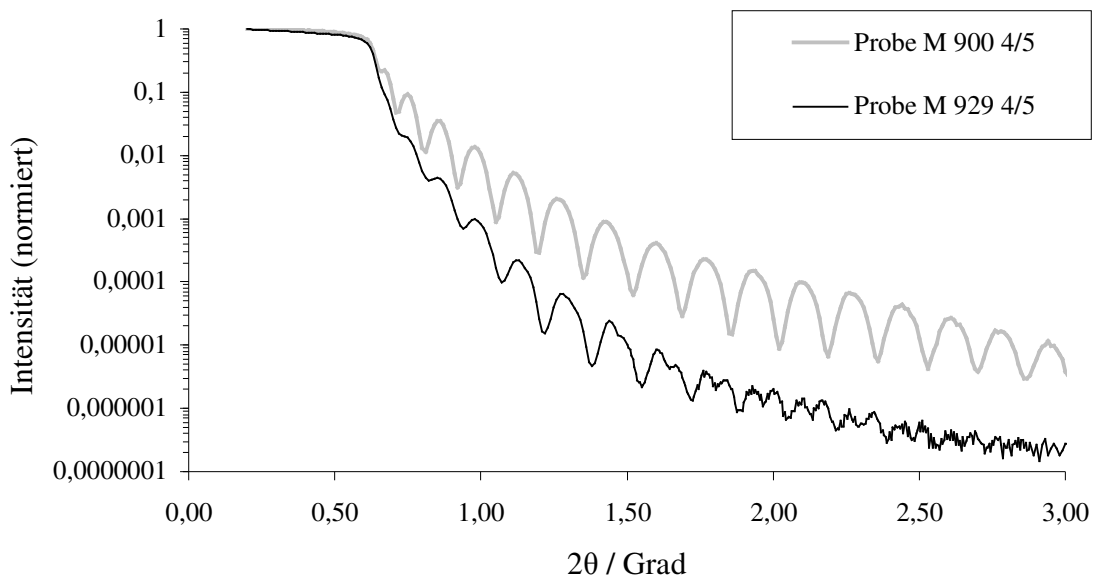


Abbildung 4-7: XRR-Messungen der Serie V

Die Fringes waren bei den Proben dieser Serie am deutlichsten ausgeprägt, d.h. die Schichten waren homogen (Abbildung 4-7). Die Schichtdicke konnte daher mit hoher Genauigkeit bestimmt werden. Es zeigte sich eine gute Übereinstimmung der gemessenen Schichtdicken mit den Vorgaben aus den Herstellungsbedingungen. Die Grenzsichtdicken der Proben waren ebenfalls sehr gering, sodass über dem gesamten aufgetragenen Bereich eine homogene Schicht vorhanden war. Die abweichende Erhöhung der Grenzsichtdicke zum Wafer bei der Probe M 929 4/5 beruht wahrscheinlich auf dem Vorhandensein der zweiten Orientierung. Die Probe M 929 4/5 war ebenfalls die einzige dieser Serie, bei der der Silizium-Buffer beobachtet werden konnte.

Probe	Schichtdicke $d / \text{nm}$	Elektronendichte $\rho^{\text{el}} / 10^{23} \text{cm}^{-3}$	Grenzschichtdicke	
			<i>NiSiGa</i> zu Luft $S_d / \text{nm}$	<i>NiSiGa</i> zu Wafer $S_d / \text{nm}$
M 899 4/5	48	13,8	11	2
M 900 4/5	49	13,8	6	2
M 901 4/5	50	13,8	6	2
M 915 4/5	50	13,8	6	3
M 903 4/5	49	13,8	8	3
M 929 4/5	50	13,8	8	6

Tabelle 4-17: Ergebnisse der XRR-Auswertung der Serie V

## 4.5. Geheizter Silizium-Wafer

Auch bei den Serien VI und VII war es nur möglich, die Reflexe der Netzebenen (002), (004) und (006) auszuwerten. Bei den Messungen mit einem Kippwinkel der Probe ist die Intensität der *NiSiGa*-Reflexe sehr gering und die Position ist zu dicht an dem Silizium-Reflex, deshalb ergeben sich keine verwertbaren Ergebnisse.

### 4.5.1. Temperaturvariation des Silizium-Substrates (Serie VI)

Bei der Serie VI wurde die Temperatur des Wafers geändert. Bei den Proben M 944 und M 945 zeigten die *NiSiGa*-Schichten neben der (001)-Ausrichtung noch eine zusätzliche (011)-Orientierung. Diese Orientierung zeichnete sich durch eine hohe Ordnung ( $\tau \approx 0,07$ ) und eine große Korngröße ( $D = (128..185) \text{ nm}$ ) aus. Diese zweite Orientierung beeinträchtigt in diesem Fall das Wachstum der Körner nicht, da sich auf dem ganzen Wafer verteilt Inseln gebildet haben und daher die Schicht nicht mehr geschlossen ist. Dies lässt sich aus der sehr geringen Elektronendichte der Reflektometriemessung entnehmen (Tabelle 4-19). Die Gitterkonstante ist generell geringfügig kleiner als in einer Volumenprobe. Das *NiSiGa*-Gitter erfährt also nur eine leichte Verformung.

Probe	Gitterkonstante $a_{(001)} / \text{nm}$	Korngröße $D_{\text{SCHERRER}} / \text{nm}$	Grad der Texturierung $\tau$
M 942	0,5401	35	1,00
M 943	0,5411	71	0,17
M 944	0,5411	94	0,29
M 945	0,5399	80	1,00

Tabelle 4-18: Ergebnisse der XRD-Messungen der Serie VI

Bei der Auswertung der XRR-Messungen konnte die Schichtdicke nicht bestimmt werden, da keine Fringes gemessen werden konnten. Anhand der Aufdampfbedingungen wurde deshalb eine Schichtdicke von  $d = 50 \text{ nm}$  angenommen. Dieses Phänomen kann bei den Proben M 944 und M 945 durch Fehlen einer homogenen Schicht erklärt werden. Die durch Stufenbildung oder, wie schon bei den Proben M 944 und M 945 erwähnt, durch Inselbildung hervorgerufene große Grenzsichtdicke zum Wafer verhindert das Auftreten der Fringes.

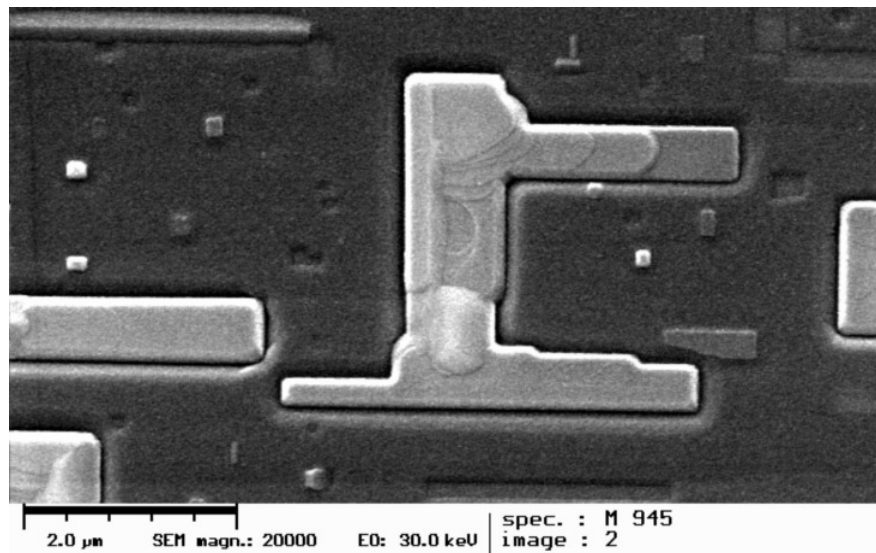


Abbildung 4-8: REM-Aufnahme der Oberfläche der Probe M 945

Betrachtet man die Rasterelektronenmikroskopie-Aufnahmen (REM, Abbildung 4-8), so kann man die Bildung getrennter *NiSiGa*-Inseln ableiten. Da zwischen diesen Inseln die geringere Elektronendichte des Siliziums oder der Luft vorherrscht, ist im Mittel die gemessene

Elektronendichte kleiner als der Wert für *NiSiGa*. Eine stark abfallende Elektronendichte ist also ein Indikator für eine nicht geschlossene Schicht.

Probe	Schichtdicke $d / \text{nm}$	Elektronendichte $\rho^{\text{el}} / 10^{23} \text{cm}^{-3}$	Grenzschichtdicke	
			<i>NiSiGa</i> zu Luft $S_d / \text{nm}$	<i>NiSiGa</i> zu Wafer $S_d / \text{nm}$
M 942	50	13,9	4	27
M 943	50	12,1	3	46
M 944	50	9,4	14	22
M 945	50	7,9	5	40

**Tabelle 4-19: Ergebnisse der XRR-Messungen der Serie VI**

#### 4.5.2. Variation der Nickel-Gallium-Silizium-Abscheidung (Serie VII)

Mit dieser Serie untersuchte man den Einfluss des Gallium-Gehalts auf die *NiSiGa*-Bildung. Die Gitterkonstante in (001)-Richtung änderte sich entsprechend den Erwartungen. Eine Erhöhung des Gallium-Gehalts führt zu einer Vergrößerung der Gitterkonstante. Dennoch ist bei allen Proben die Gitterkonstante in (001)-Richtung verkleinert. Verspannungen sind daher auch bei diesen Proben zu finden. Bei der Probe M 947 war es bei der Rotation der (004)-Ebene nicht möglich, den Reflex des *NiSiGa* vom Silizium zu trennen. Daher kann kein Wert für den Grad der Texturierung angegeben werden.

Probe	Gitterkonstante $a_{(001)} / \text{nm}$	Korngröße $D_{\text{SCHERRER}} / \text{nm}$	Grad der Texturierung $\tau$
M 951	0,5390	86	0,40
M 955	0,5405	115	0,23
M 959	0,5413	73	0,33
M 947	0,5417	78	-

**Tabelle 4-20: Ergebnisse der XRD-Messungen der Serie VII**

Aus den XRR-Messungen konnten keine Schichtdicken bestimmt werden. Durch die Stufenbildung der *NiSiGa*-Phase waren keine Fringes vorhanden. Bei der Probe M 947 wurde zusätzlich eine Deckschicht von  $d \approx 10 \text{ nm}$  beobachtet, so dass eine geringere *NiSiGa*-Schichtdicke angenommen wurde. Diese Deckschicht macht auch einen großen Teil der Grenzschichtdicke zur Luft aus.

Probe	Schichtdicke $d / \text{nm}$	Elektronendichte $\rho^{\text{el}} / 10^{23} \text{cm}^{-3}$	Grenzschichtdicke	
			<i>NiSiGa</i> zu Luft $S_d / \text{nm}$	<i>NiSiGa</i> zu Wafer $S_d / \text{nm}$
M 951	50	12,4	5	37
M 955	50	12,2	5	36
M 959	50	12,1	4	35
M 947	40	11,9	22	30

**Tabelle 4-21: Ergebnisse der XRR-Auswertung der Serie VII**

Die Elektronendichte spricht für eine geschlossene *NiSiGa*-Schicht. Dennoch ist sie geringer als der theoretische Wert für *NiSiGa*, sodass angenommen wird, dass die *NiSiGa*-Phase stellenweise in den Wafer hineingewachsen ist. Dies erkennt man auch an der großen Grenzschichtdicke zum Wafer.

#### 4.6. Proben mit Template-Herstellung (Serie VIII)

Die Proben der Serie VIII zeigen eine gute Anpassung an das Siliziumgitter. Eine herausragende Rolle nimmt hier die Probe M 995 ein. Sie zeichnet sich durch eine sehr starke Textur bzw. epitaktisches Wachstum und eine große Korngröße aus. Dennoch kann bei allen Proben eine verkleinerte Gitterkonstante in (001)-Richtung beobachtet werden.

Probe	Gitterkonstante $a_{(001)} / \text{nm}$	Korngröße $D_{\text{SCHERRER}} / \text{nm}$	Grad der Texturierung $\tau$
M 994	0,5366	67	0,17
M 995	0,5376	121	0,03
M 996	0,5363	52	0,17
M 997	0,5365	20	0,28

Tabelle 4-22: Ergebnisse der XRD-Messungen der Serie VIII

Bei der Probe M 995 genügte die Intensität, um mit dem Channel-Cut die zur Oberfläche verkippten Ebenen zu messen (Abbildung 4-9). Durch die strenge  $\text{CuK}\alpha_1$ -Monochromatisierung der Röntgenstrahlung waren die Reflexe von  $\text{NiSiGa}$  und Silizium hinreichend getrennt und es war daher möglich, die Winkelposition des  $\text{NiSi}_2$ -Reflexes genau zu bestimmen.

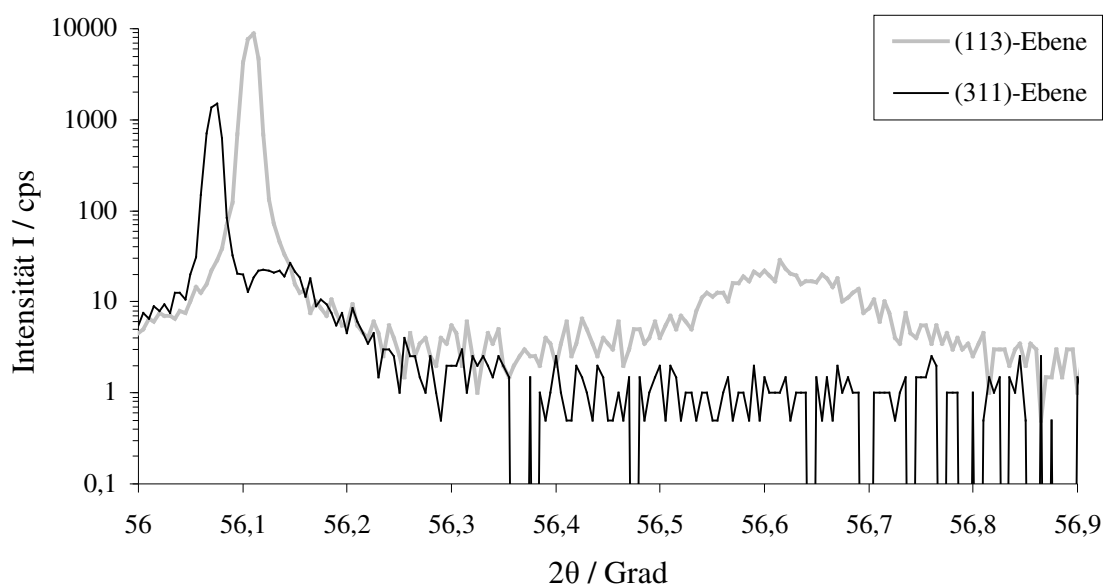


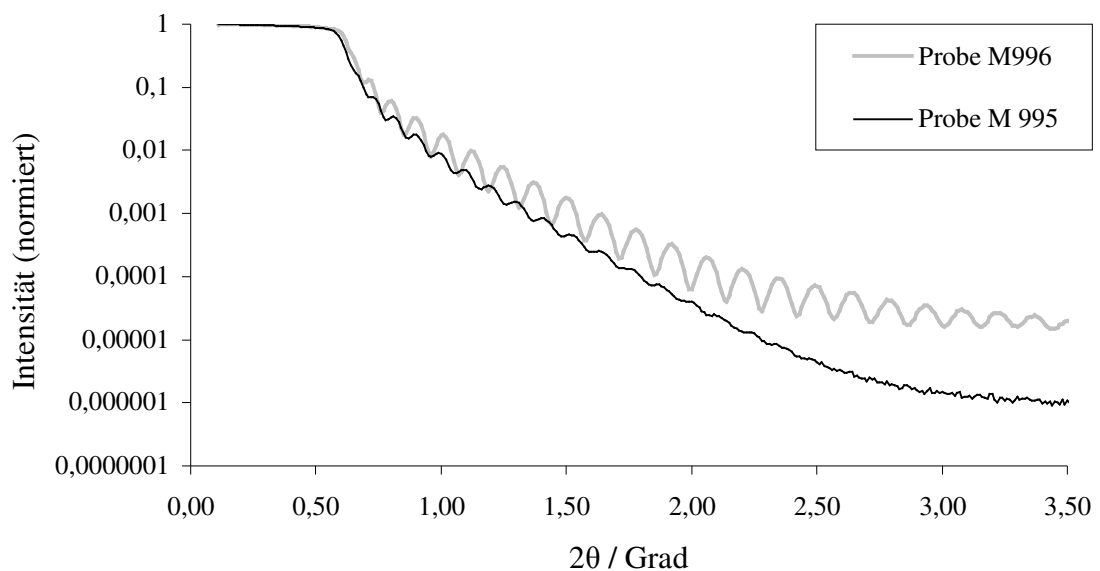
Abbildung 4-9: Messung der (113)- und der (311)-Ebene mittels Channel-Cut

Aus den Messungen der (311)- und der (331)-Ebene konnte die Gitterkonstante in der Probenebene bestimmt werden. Mit  $a_{(100),(010)} = 0,5431 \text{ nm}$  entspricht sie der Silizium-Gitterkonstante.

Ebene	Berechneter 2 $\theta$ -Winkel	Gemessener 2 $\theta$ -Winkel
113	56,64°	56,64°
311, 131	56,18°	56,19°
331	76,43°	76,42°
313, 133	76,82°	76,82°

**Tabelle 4-23: Beobachtete und mit den Gitterkonstanten  $a_{(100),(010)}=0,5431\text{nm}$  und  $a_{(001)}=0,5376\text{nm}$  berechnete Winkel bei Probe M 995**

Bei dieser Serie konnten stark ausgeprägte Fringes beobachtet werden (Abbildung 4-10). Dies bedeutet, dass die Oberflächengrenzschichtdicken wegen ihrer geringen Dicke direkt als Rauigkeit interpretiert werden können und die Unebenheiten beim Übergang zum Silizium-Wafer gegen ein stufenförmiges Wachstum des *NiSiGa* in den Wafer sprechen. Die Bereiche mit veränderten Galliumkonzentrationen sind sehr klein, was die nahe dem Tabellenwert liegende Elektronendichte zeigt (Tabelle 4-24).



**Abbildung 4-10: XRR-Messungen der Serie VIII**

Probe	Schichtdicke $d / \text{nm}$	Elektronendichte $\rho^{\text{el}} / 10^{23} \text{cm}^{-3}$	Grenzschichtdicke	
			<i>NiSiGa</i> zu Luft $S_d / \text{nm}$	<i>NiSiGa</i> zu Wafer $S_d / \text{nm}$
M 994	62,5	13,5	3	2
M 995	70,9	12,8	4	5
M 996	60	13,5	4	2
M 997	59,1	13,5	4	2

Tabelle 4-24: Ergebnisse der XRR-Auswertung der Serie VIII

#### 4.7. Profilanalyse

Die Linienprofile wurden zuerst mit dem LANGFORD-Verfahren untersucht. Diese Methode benötigt nur einen Reflex, um die Korngröße und die Dehnung zu bestimmen. Obwohl der Silizium-Reflex hinreichend weit vom *NiSiAl*- bzw. *NiSiGa*-Reflex entfernt war, war in vielen Fällen eine Profilanalyse der (006)-Ebene aufgrund der geringen Intensität nur eingeschränkt möglich. Der Wichtungsfaktor ist bei geringer Intensität nicht mehr eindeutig bestimmbar, da er das Verhalten der Flanken eines Reflexes beschreibt. Bei der Betrachtung der Linienprofile, welche Aufschlüsse auf den Wichtungsfaktor erlaubten, ist beobachtet worden, dass dieser Werte von  $\eta = 0,4..0,6$  annimmt. Die erhaltenen Korngrößen und Dehnungen sind also mit einem großen Fehler behaftet und es können nur die Größenordnungen angegeben werden. Es wurde der (004)-Reflex des *NiSiAl* bzw. *NiSiGa* für diese Untersuchung gewählt, da hier eine vergleichsweise hohe Intensität beobachtet werden konnte. Somit war es möglich, einen Wert für den Wichtungsfaktor anzugeben.

Da das Linienprofil sich annähernd zu gleichen Teilen aus CAUCHY- und GAUß-Funktionen zusammensetzt, wurde bei dem WILLIAMSON-HALL-Verfahren die CAUCHY-GAUß-Methode gewählt. Dieses Verfahren betrachtet nur die Integralbreiten und ist damit genauer als das LANGFORD-Verfahren, da im Gegensatz zum Wichtungsfaktor die Integralbreite immer bestimmt werden kann. Hinzu kommt, dass hier mehrere Reflexe betrachtet werden und somit Messungenauigkeiten ausgeglichen werden können. Es konnten aber nur die drei Reflexe



(002), (004) und (006) verwendet werden. Daher ist auch das WILLIAMSON-HALL-Verfahren mit großen Fehlern behaftet.

Unter den Serien mit Aluminiumgehalt wurden nur die Proben CH 579 1/3, CH 597 3/2 und CH 598 3/2 gewählt. Diese Proben wiesen wegen des kleinen Grads der Texturierung eine hohe Schichtqualität auf und es wurden daher eine große Domänengröße und kleine Dehnungen erwartet. Wie der Tabelle 4-25 zu entnehmen ist, erhält man mit beiden Verfahren die gleichen Ergebnisse. Allein bei der Probe CH 579 1/3 sind größere Abweichungen erkennbar, die darauf zurückzuführen sind, dass bei dieser Probe nur die Reflexe (002) und (004) betrachtet wurden.

Probe	CAUCHY-GAUß-Methode		LANGFORD-Methode	
	Korngröße D / nm	Dehnung $\varepsilon$ / $10^{-4}$	Korngröße D / nm	Dehnung $\varepsilon$ / $10^{-4}$
CH 579 1/3	90	23	30	13
CH 597 3/2	50	18	50	15
CH 598 3/2	40	12	50	13

**Tabelle 4-25: Ergebnisse der Profilanalyse von  $\text{NiSi}_{2-x}\text{Al}_x$ -Proben**

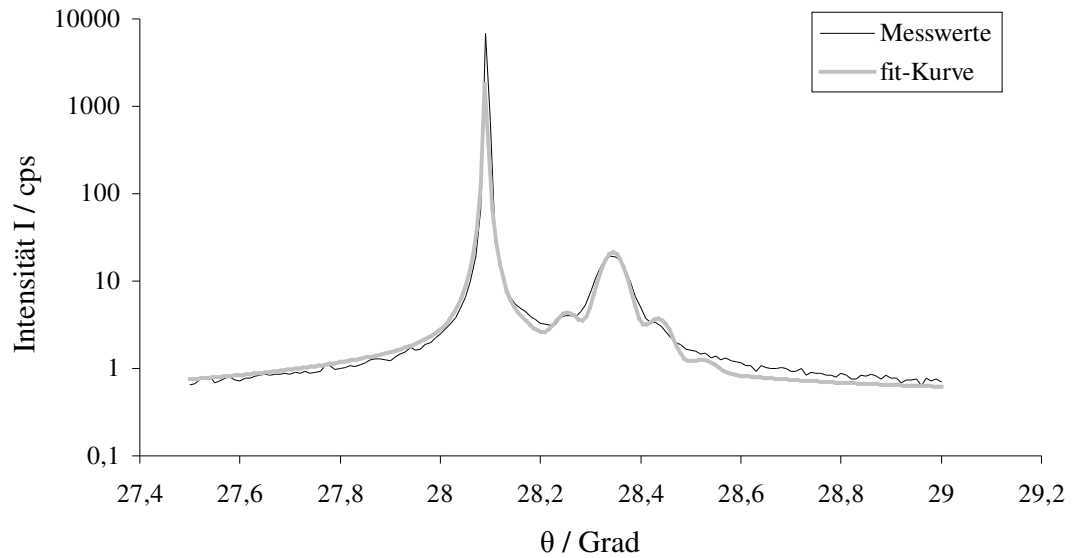
Bei den Serien mit Gallium-Gehalt wurde ebenfalls nur ausgewählte Proben ausgesucht. Die Intensitäten waren bei den ersten Proben aus Tabelle 4-26 gering. Dennoch erhält man mit beiden Verfahren ähnliche Ergebnisse. Die Proben M 947 und M 951 weisen eine höhere Korngröße auf als Proben der anderen Serien. Da bei beiden Verfahren eine erhöhte Domänengröße beobachtet werden konnte, ist davon auszugehen, dass hier die Herstellungsparameter die Bildung zusammenhängender *NiSiGa*-Bereiche begünstigen. Bei den letzten Proben (Serie VIII) fällt die Probe M 995 auf. Hier kann man eine deutliche Abnahme der Dehnung erkennen. Die Abnahme der Dehnung ist wieder bei beiden Verfahren sichtbar.

Probe	CAUCHY-GAUß-Methode		LANGFORD-Methode	
	Korngröße D / nm	Dehnung $\varepsilon$ / $10^{-4}$	Korngröße D / nm	Dehnung $\varepsilon$ / $10^{-4}$
M 87545	30	17	50	23
M 88045	40	33	30	24
M 89945	40	22	40	18
M 90145	20	11	30	18
M 947	100	16	50	11
M 951	80	27	70	13
M 994	50	17	40	13
M 995	30	0,0002	60	8
M 996	30	16	40	17
M 997	30	19	40	17

Tabelle 4-26: Ergebnisse der Profilanalyse von  $\text{NiSi}_{2-x}\text{Ga}_x$ -Proben

#### 4.8. Auswertung der Rockingkurve

Aus Intensitätsgründen konnte die Rockingkurve nur bei der Probe M 995 ausgewertet werden. Bei allen anderen Proben war nur eine Schulter nahe dem Silizium-Reflex oder gar keine Reflexe messbar. Bei der Probe M 995 konnten das Maximum des *NiSiGa*-Reflexes und auf jeder Seite jeweils ein Nebenmaxima zur Bestimmung der Schichtdicke verwendet werden (Abbildung 4-11).



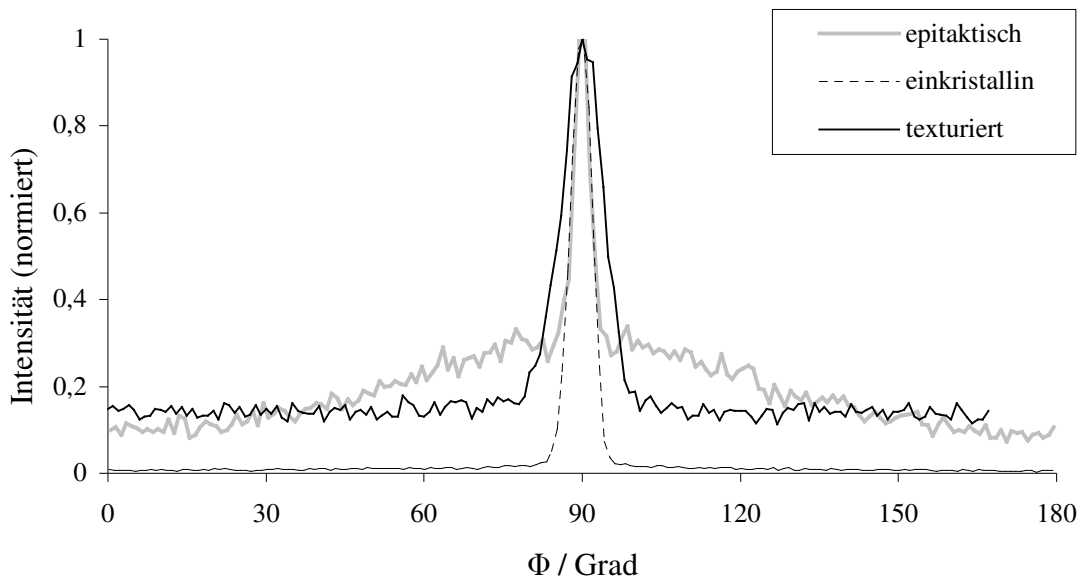
**Abbildung 4-11: Rockingkurve der Probe M 995**

Aus diesen Daten erhielt man eine Schichtdicke von  $d = 50$  nm. Der Fehler ist durch das Vorhandensein von nur zwei schwach ausgeprägten Oszillationen und der großen Halbwertsbreite der *NiSiGa*-Reflexe relativ groß. Die erhaltene Schichtdicke kann daher nur als Näherungswert betrachtet werden.

## 5. Diskussion der Ergebnisse

### 5.1. Rotationsmessungen

In der Abbildung 5-1 kann man die Auswirkung der drei möglichen Wachstumsarten von Kristalliten auf eine Rotationsmessung eines BRAGG-Reflexes erkennen. Um einen Vergleich durchführen zu können, wurde die Maximalintensität auf  $I_{\max} = 1$  gesetzt und auf den Rotationswinkel  $\Phi = 90^\circ$  festgelegt.



**Abbildung 5-1: Ergebnis der Rotationsmessung bei texturierten und einkristallinen Beispielen**

Der sehr ausgeprägte Reflex, hier auf  $\Phi = 90^\circ$  gesetzt, der bei allen Beispielen vorhanden ist, stammt vom Silizium-Wafer. Messtechnisch ist er nicht vom  $\text{NiSi}_2$  zu trennen. Bei dem Graphen der einkristallinen Probe (unbeschichteter Silizium-Wafer) ist nur ein Beugungsmaximum zu erkennen. Auch bei dem texturierten Beispiel (M 915 4/5) ist nur das Beugungsmaximum von Silizium zu sehen. Allerdings kann man hier den konstanten Untergrund beobachten, der von den in der Ebene regellos verteilten Kristalliten hervorgerufen wird. Beginnen sich diese Kristallite weiter anzuordnen, kann man wie bei dem epitaktischen Beispiel (M 901 4/5) einen weiteren Reflex beobachten. Die Halbwertsbreite dieses Reflexes ist umso geringer, je geordneter die Kristallite sind. Bei allen gemessenen

Proben, die eine epitaktische Struktur des *NiSiAl* bzw. *NiSiGa* aufwiesen, war die Lage der Beugungsmaxima des *NiSiAl* bzw. *NiSiGa* und des Siliziums nahezu identisch. Dies bedeutet, dass der Grad der Texturierung nicht nur die Stärke der Texturierung angibt, sondern auch wie gut sich das  $\text{NiSi}_2$  dem Silizium angepasst hat. Ein Texturgrad  $\tau = 0$  ist der Ausdruck einer perfekten Anpassung und zeigt epitaktisches Wachstum an, während  $\tau = 1$  keine Anpassung, sondern eine Textur anzeigt. Die Proben mit der besten Anpassung waren interessanterweise die Proben mit einer (011)-Orientierung. Erst die mit großem Herstellungsaufwand erzeugten Proben der Serie VIII zeigten ähnlich gute Werte für den Grad der Texturierung.

## 5.2. Auswirkungen der ternären Komponente

Bei den Proben, welche Aluminium als ternäre Komponente besaßen, war es möglich, alle Gitterkonstanten der *NiSiAl*-Schicht zu bestimmen. Die Abweichung von der Gitterkonstanten des Siliziums war so groß, dass bei XRD-Untersuchungen der zur Probenoberfläche verkippten Ebenen wie z. B. (113)-Ebene oder (331)-Ebene ein Reflex neben dem Silizium-Reflex oder zumindest eine Schulter an dem Silizium-Reflex sichtbar waren.

In der Abbildung 5-2 lässt sich die Tendenz einer leicht steigenden Gitterkonstanten mit steigendem Aluminiumgehalt erkennen. Interessanterweise weicht die Gitterkonstante in der Probenebene immer stärker von der Gitterkonstante des Siliziums ab. Durch Hinzugabe des Aluminiums ist aber gerade eine Anpassung erwartet worden. Betrachtet man alle drei Gitterkonstanten, so fällt auf, dass die Gitterkonstante parallel zur Probennormalen größer wird. Das bedeutet also, dass das Aluminium seine Funktion erfüllt und das *NiSiAl*-Gitter im Ganzen aufweitet. Eine Ursache für die Vergrößerung der Gitterkonstante in der Probenebene könnten die unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von *NiSiAl* und Silizium sein. Beim Abkühlen könnte so eine durch thermische Spannungen auftretende Dehnung die Gitteraufweitung hervorrufen. Der Reaktionsprozess könnte ebenfalls eine gewisse Rolle einnehmen. Während der Temperung reagiert das Silizium des Wafers mit dem aufgetragenen Nickel-Aluminium und bildet ein ternäres Silizid. Bei ungleichmäßiger sowohl zeitlicher als auch räumlicher Umwandlung ist eine Beeinflussung möglich.

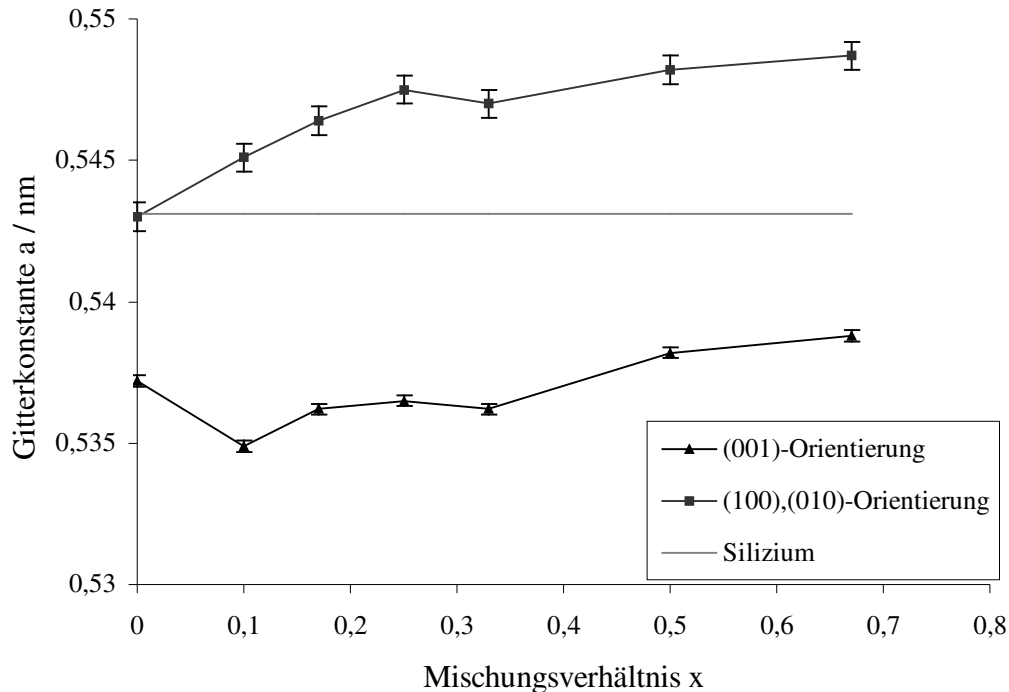
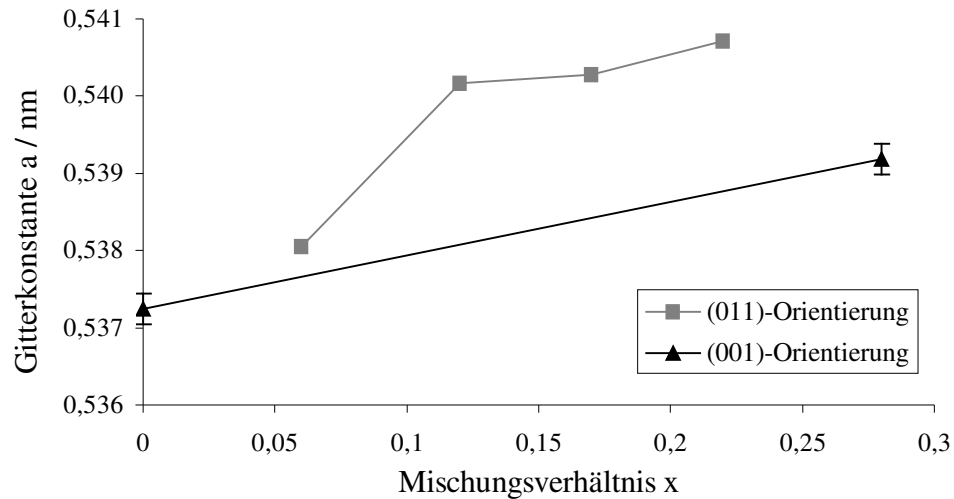


Abbildung 5-2: Probenserie I (tenäre Komponente Aluminium)

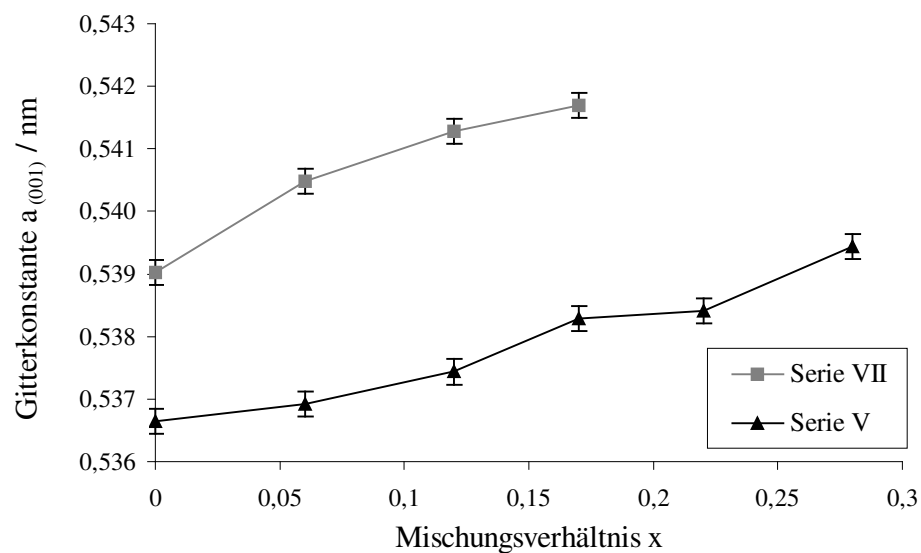
Der Einbruch bei der Probe CH 597 3/2 mit dem Mischungsverhältnis  $x = 0,33$  ist mit einer möglichen kleineren Aluminium-Konzentration erklärbar. Ein stetiger Anstieg der Gitterkonstante ist daher vorstellbar.

Betrachtet man die anderen Serien, so kann man feststellen, dass auch bei den Serien III, V und VII die Gitterkonstante generell mit steigendem Galliumgehalt zunimmt. Bei der Serie III (Abbildung 5-3) ist die Gitterkonstante der (011)-Orientierung generell größer als die Gitterkonstante der (001)-Orientierung. Es sind keine Reflexe verkippt zur Oberfläche messbar gewesen und es bleiben daher nur Vermutungen über die Struktur des *NiSiGa*. Es lässt sich also nur ableiten, dass das Gallium die Gitterkonstante des  $\text{NiSi}_2$  aufweitet. Die Vergrößerung der Gitterkonstanten in der Probenebene über den Wert von Silizium, die bei den Proben mit dem Zusatzstoff Aluminium gefunden worden ist, kann hier nicht bestätigt werden. Aufgrund der ähnlichen Eigenschaften des Galliums wird diese Vergrößerung dennoch vermutet.



**Abbildung 5-3: Veränderung der Gitterkonstante bei Serie III**

Die Vergrößerung der Gitterkonstante mit zunehmender Gallium-Konzentration ist zwar bei den Serien V und VII zu erkennen (Abbildung 5-4), aber bei der Serie VII ist der Betrag der Gitterkonstante am größten.



**Abbildung 5-4: Veränderung der Gitterkonstante innerhalb der Serie V und VII**

Wenn man annimmt, dass das *NiSiGa*-Gitter eine quadratische Grundform besitzt, die mit dem Siliziumgitter übereinstimmt, würde das bedeuten, dass die Spannungen innerhalb der Schicht abgebaut werden. Der Herstellungsprozess hat sich somit bezogen auf die Gitterkonstante verbessert.

### 5.3. Einfluss der Temperatur während einer Temperung

Bei der Auswertung der XRR-Messungen wurde beobachtet, dass die Elektronendichte der Hauptschicht bei Proben variiert, die mit unterschiedlicher Temperatur getempert wurden. Dies kann man sowohl bei den Proben mit Aluminium aus Serie I und II als auch an den Proben mit Gallium der Serie IV erkennen (Abbildung 5-5). Bei niedrigen Temperaturen gibt es anscheinend noch Phasen mit größerer Nickel-Konzentration, sodass die Elektronendichte im Mittel einen höheren Wert annimmt als in einer einheitlichen *NiSiAl*- bzw. *NiSiGa*-Phase.

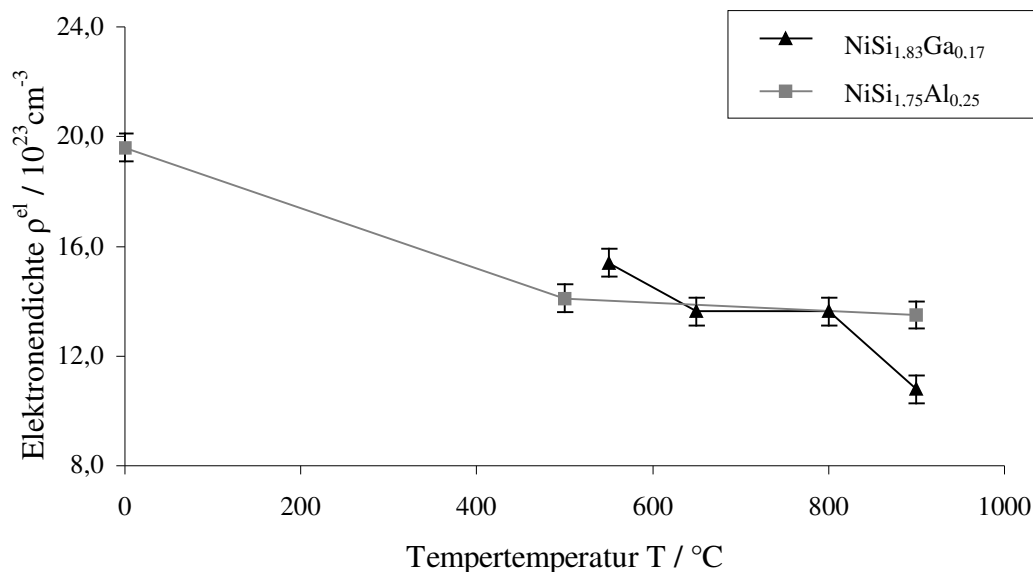


Abbildung 5-5: Elektronendichte in Abhängigkeit der Temperatur

Bei den Proben mit Aluminiumgehalt sinkt die Elektronendichte von einem Wert  $\rho_{\text{CH5792/3}}^{\text{el}} = 19,6 \cdot 10^{23} \text{ cm}^{-3}$ , der dem aufgetragenen Nickel-Aluminium-Gemisch entspricht, langsam auf den Wert  $\rho_{\text{CH5793/2}}^{\text{el}} = 13,5 \cdot 10^{23} \text{ cm}^{-3}$  für *NiSiAl*. Bei den Proben mit Galliumgehalt aus der Serie IV sinkt der Wert für die Elektronendichte noch viel weiter.



Die hohe Elektronendichte bei niedrigen Temperaturen weist auf NiSi-Phasen hin. Das Vorliegen von elementarem Nickel ist nach einem Temperungsprozess nicht mehr wahrscheinlich. Bei einer Temperatur von über  $T = 800\text{ °C}$  kann das Absinken der Elektronendichte durch die Bildung von Kristalliten verursacht worden sein, die in den Wafer hineinwachsen. Da bei dieser Serie ausschließlich eine (011)-Orientierung vorherrscht, ist diese Stufenbildung durchaus möglich. Es könnten hier aber auch die ersten Anzeichen auf das makroskopisch sichtbare Aufreißen der Probenoberfläche bei Versuchen mit Temperaturen  $T > 1000\text{ °C}$  erkennbar werden. Bei niedrigeren Temperaturen sind wegen der erhöhten Elektronendichte noch Bereiche/Domänen mit größerer Nickel-Konzentration als *NiSiGa* vorhanden. Da bei den XRD-Messungen keine Anzeichen für solche Phasen gefunden wurden, müssen diese sehr klein und in der Ebene statistisch normalverteilt sein. Wie in Abbildung 5-5 sichtbar ist, scheinen die Proben mit Gallium-Zusatz stärker auf die Temperaturen der Temperung zu reagieren. Der Bereich mit einer konstanten Elektronendichte und somit einer homogenen  $\text{NiSi}_2$ -Phase ist bei Gallium-haltigen Proben kleiner als bei Aluminium-haltigen Proben.

#### 5.4. Einfluss des Mischungsverhältnisses

Bei der Serie V wurde Silizium im angestrebten Mischungsverhältnis hinzugegeben und dann bei einer hohen Temperatur wie z. B.  $T = 800\text{ °C}$  getempert. Bei dieser Temperatur konnte man davon ausgehen, dass die Komponenten sich komplett zu *NiSiGa* umwandeln und dass dabei die Schicht nicht durch zu hohe Temperaturen zerstört wird. Die einheitliche Elektronendichte von  $\rho^{\text{el.}} = 13,8 \cdot 10^{23} \text{ cm}^{-3}$  bestätigt diese Annahmen.

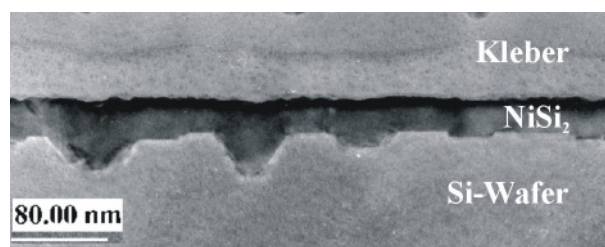


Abbildung 5-6: TEM-Aufnahme des Querschnitts der Probe CH 581 3/3

Man erkennt in Abbildung 5-7, dass der Zusatzstoff in geringen Mengen eine homogene *NiSiGa*-Schicht ermöglicht. Ein zu hoher Gehalt des Zusatzstoffes wirkt sich wiederum negativ aus, da sich vermehrt Stufen beim Übergang zum Substrat bilden. Bei Proben mit Aluminium-Zusatz kann das anhand von TEM-Querschnittsaufnahmen gezeigt werden. In Abbildung 5-6 ist im Gegensatz zur Abbildung 4-5 eine geschlossene Schicht zu erkennen.

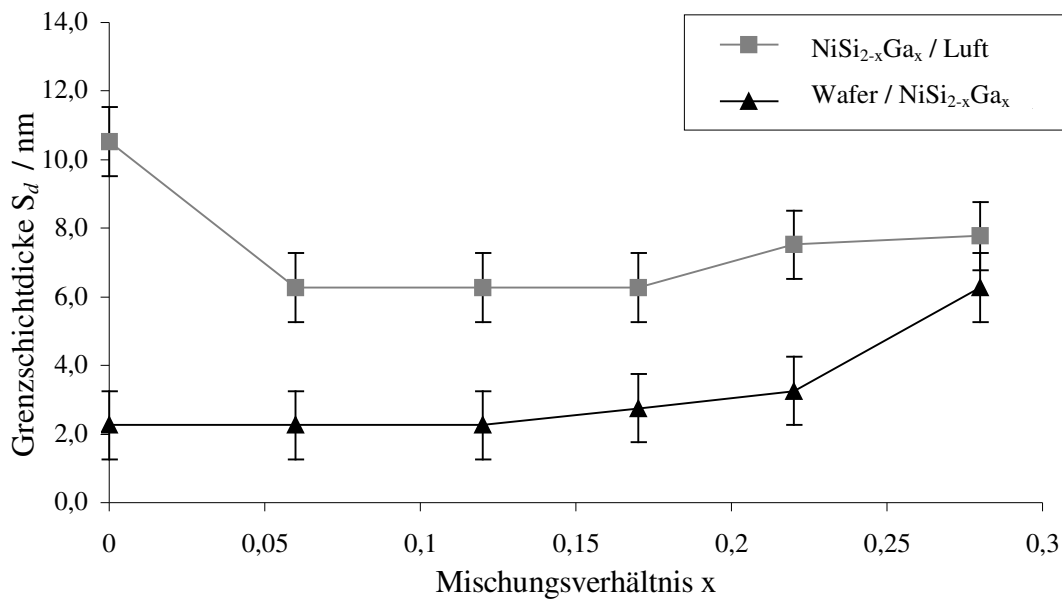


Abbildung 5-7: Übergangsschichtdicke von Serie V

## 5.5. Korngröße und Dehnung

Bei Betrachtung der Messserie IV (Abbildung 5-8) fällt auf, dass die Korngröße eine steigende Tendenz in Abhängigkeit von der Temperatur aufweist. Eine hohe Temperatur scheint das Wachstum der *NiSiAl*- bzw. *NiSiGa*-Kristallite zu begünstigen. Aus den vorhergehenden Untersuchungen ist bekannt, dass mehrere Orientierungen vorhanden sein können. Bei der Probe M 878 3/2 resultiert die kleine Korngröße aus der zusätzlich vorhandenen *NiSi*-Phase. Die Temperatur war zu niedrig, um eine komplette Umwandlung des Nickels in *NiSiGa* zu ermöglichen. Da auch eine schwache Textur gefunden wurde, ist davon auszugehen, dass viele kleine Kristallite existieren. Dies folgt auch aus der Profilanalyse (Abbildung 5-10).

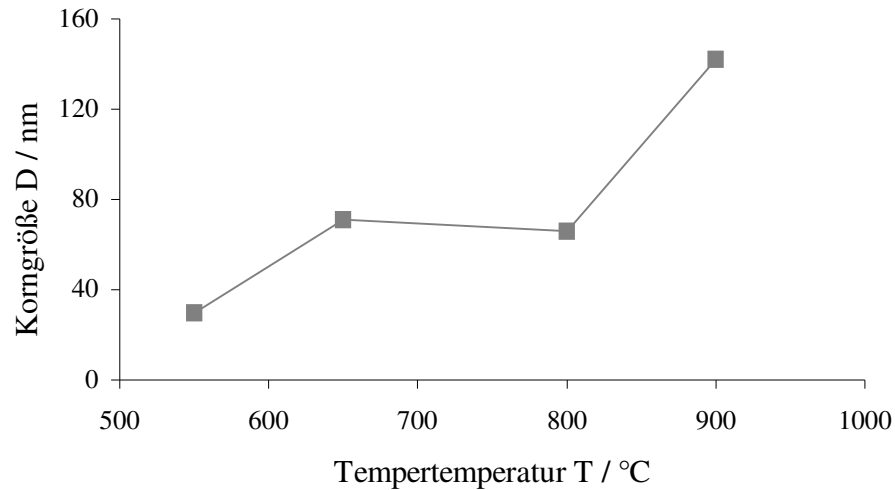
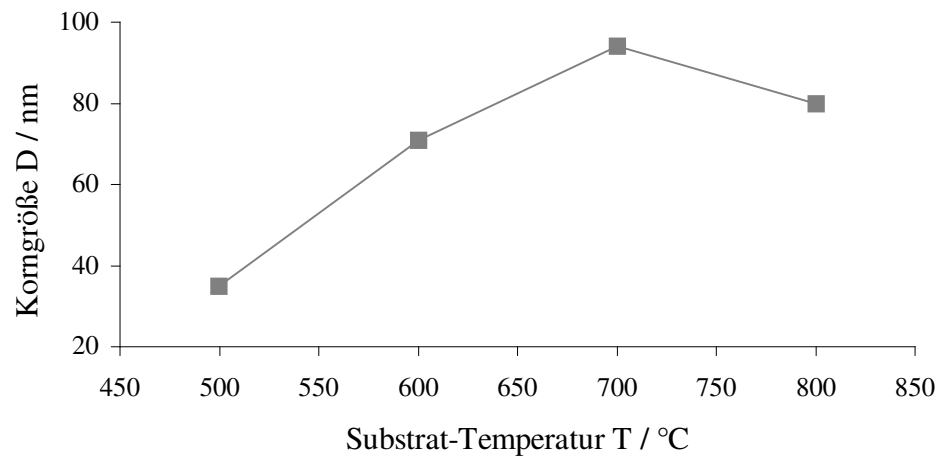


Abbildung 5-8: Korngröße der Proben der Serie IV

Die Bildung größerer Körner bei zunehmender Temperatur im Herstellungsprozess ist bei Serie VI zu beobachten (Abbildung 5-9). Bei beiden Methoden, der Erhöhung der Temperatur der Temperung oder des Wafers, ist diese steigende Tendenz zu größeren Kristalliten sichtbar.

Abbildung 5-9: Korngröße der *NiSiGa*-Phase der Serie VI

Die Temperatur des Herstellungsprozesses ist daher ein bedeutender Faktor für die Qualität der Schicht. Ist sie zu niedrig, wird es wahrscheinlich, dass keine komplette Umwandlung des aufgetragenen Nickel-Aluminium- bzw. Nickel-Gallium-Gemisches zu *NiSiAl* bzw. *NiSiGa* erfolgt. Bei zu hoher Temperatur kann die Schicht durch das Aufreißen oder die Bildung von

*NiSiAl*- bzw. *NiSiGa*-Inseln beeinträchtigt oder zerstört werden. Mit zunehmender Temperatur wächst aber auch die Korngröße, sodass ein Kompromiss geschlossen werden muss.

Bei ansteigender Korngröße erhöht sich der Fehler der SCHERRER-Methode, da bei der Herleitung der Formel kubische Körner vorausgesetzt werden. Dennoch zeigt der Vergleich der aus der Linienprofilanalyse erhaltenen Korngrößen (Abbildung 5-10) mit den aus der SCHERRER-Formel berechneten Domänengrößen, dass kein großer Unterschied zwischen den Methoden existiert. Sie liefern die gleiche Größenordnung und die Abweichungen liegen innerhalb der Fehlergrenzen. Die Dehnung, die durch die Mikrospannungen hervorgerufen wird, ist demnach sehr klein. Dies bedeutet eine echte Verformung der *NiSiAl* bzw. *NiSiGa*-Kristallite, da bei der Betrachtung der gemessenen Gitterkonstanten Abweichungen von dem relaxierten Gitter in einer Volumenprobe auffallen. Ein gutes Beispiel hierfür liefert die Probe M 995. Hier sieht man, dass nahezu keine Mikrospannungen auftreten, das Gitter aber gedehnt ist, wie aus den Messungen des (004)-Reflexes hervorgeht.

Die Korngröße nimmt bei vielen Proben einen Wert nahe der Schichtdicke an. Es ist daher anzunehmen, dass in Richtung der Probennormalen die Schicht homogen ist. Die Korngrenzen verlaufen damit größten Teils entlang der Höhenachse. Dies könnte auf einen bedeutenden Einfluss der Oberflächenbeschaffenheit des Wafers hindeuten.

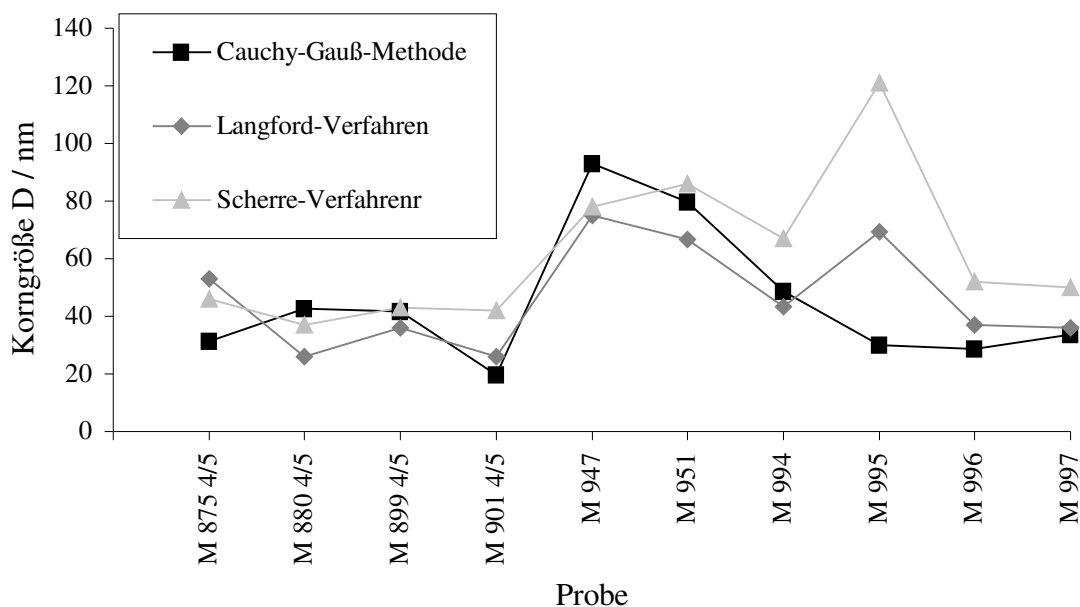


Abbildung 5-10: Anhand von Profilanalyse ermittelte Korngröße

## 6. Zusammenfassung und Ausblick

### 6.1. Zusammenfassung der Ergebnisse

In dieser Arbeit konnte gezeigt werden, dass der Herstellungsprozess der *NiSiAl*- bzw. *NiSiGa*-Schichten von vielen Faktoren bestimmt wird. Die Herstellungstemperatur besitzt einen großen Einfluss auf die Bildung des *NiSiAl* und des *NiSiGa*. Bei niedrigen Herstellungstemperaturen wurde eine NiSi-Phase beobachtet. Dies ist unter anderem an der Probe M 878 3/2 erkennbar. Hier sind durch eine Reflektometriemessung beide Silizid-Phasen beobachtet worden. Erst bei höherer Temperatur erfolgt eine Umwandlung zur *NiSiGa*-Phase. Man kann daher auf eine NiSi-Übergangsphase bei der Bildung des *NiSiAl* bzw. *NiSiGa* schließen. Eine hohe Temperatur lässt außerdem große Kristallite wachsen, kann aber auch die Schicht zerstören, wie es bei der Probe M 878 3/5 der Reihe IV angedeutet wird. Die Abhängigkeit der Gitterkonstante von der Konzentration des Zusatzstoffes verhält sich ähnlich wie im Volumenmaterial. Ein größerer Gallium- bzw. Aluminium-Anteil führt zu einer Vergrößerung der Gitterkonstante. Dies konnte bei allen gemessenen Proben gefunden werden. Ein Nebeneffekt der Zugabe von Aluminium bzw. Gallium ist eine Reduzierung der Stufenbildung. Wie bei der Abbildung 4-5 zu sehen ist, ist ein ausgeprägtes Inselwachstum bei der Probe CH 564 3/3 ohne Zusatzstoff vorhanden. An der starken Verkleinerung der Grenzschichtdicke der restlichen Proben der Serie I mit Aluminiumzusatz kann eine geschlossene Schicht vermutet werden.

Die Gitteranpassung konnte bei den aluminiumhaltigen Proben überprüft werden. Bei den Messungen der zur Oberflächennormalen verkippten Ebenen konnten die Gitterkonstanten in der Probenebene bestimmt werden. Hierbei wurde eine Vergrößerung der Gitterkonstante über den Wert von Silizium hinaus festgestellt. Unter Verwendung des Channel-Cut konnte bei der galliumhaltigen Probe M 995 eine exakte Gitteranpassung beobachtet werden. Eine Verspannung der *NiSiAl*- und *NiSiGa*-Schichten konnte bei allen Proben nachgewiesen werden, da die Gitterkonstante in (001)-Richtung auch nach der Zugabe von Aluminium oder Gallium kleiner als der Tabellenwert des NiSi<sub>2</sub>-Gitters war.

Bei Betrachtung der Rotationsmessungen der *NiSiAl*- und *NiSiGa*-Reflexe und des daraus abgeleiteten Grades der Texturierung stellte sich heraus, dass der Grad nicht nur die Textur sondern auch epitaktisches Wachstum der *NiSiAl*- bzw. *NiSiGa*-Schicht beschreiben kann. Bei fast allen Proben konnte somit ein epitaktisches Wachstum bestätigt werden. Bei den Ausnahmen wurde eine Textur gefunden. Damit konnte kein polykristallines Wachstum gefunden werden.

Der Vergleich der Profilanalysemethoden ergab eine ähnliche Korngröße für alle untersuchten Verfahren. Damit konnte gezeigt werden, dass keine ausgeprägten Spannungen III. Art vorhanden sind. Es stellte sich heraus, dass bei diesen Proben das SCHERRER-Verfahren zur Bestimmung der Korngröße und das LANGFORD-Verfahren für eine eventuelle Bestimmung der Dehnung genügt. Die typische Größe der *NiSiAl*- bzw. *NiSiGa*-Kristallite entspricht der halben bis doppelten Schichtdicke. Daher ist man von einer einkristallinen  $\text{NiSi}_2$ -Schicht noch entfernt, obwohl ein epitaktisches Wachstum vorherrscht.

Bei der Analyse der Reflektometriemessungen wurde beobachtet, dass ein starkes Absinken der Elektronendichte bei den in dieser Arbeit untersuchten Proben ein Anzeichen für eine nicht geschlossene Schicht ist. Damit konnte z.B. bei der Probe M 945 ein Inselwachstum des *NiSiGa* nachgewiesen werden.

## 6.2. Ausblick

Bei den Messungen ähnlicher Kristallstrukturen wurde beobachtet, dass eine bessere Monochromatisierung hilfreich wäre, als durch den Multilayer-Spiegel erreicht wird. Die Reflexe des *NiSiAl* bzw. des *NiSiGa* wurden teilweise durch die  $\text{Cu}\alpha_2$ -Komponente des Primärstrahles überlagert. Eine  $\text{Cu}\alpha_1$ -Monochromatisierung wäre daher von Vorteil. Da durch den vorhandenen Channel-Cut die Primärstrahlintensität stark verringert wird, erhielt man bei vielen Proben keine auswertbaren Messergebnisse. Mit einem Sekundärmonochromator ist eine Verbesserung der Messung an ähnlichen Kristallsystemen noch nicht möglich. Es müssten daher Röntgenoptiken verwendet werden, die eine gute Monochromatisierungseigenschaft besitzen, aber eine kleinere Schwächung der Primärstrahlintensität verursachen als der verwendete Channel-Cut.

Die Erweiterung der Röntgenoptiken würde neue Messmethoden ermöglichen. So könnte ein Punktfokus zu orts aufgelösten Messungen eingesetzt werden. Wenn eine Inselbildung des *NiSiAl* bzw. *NiSiGa* wie bei den Proben M 944 und M 945 vorliegt, könnte die Verwendung des Punktfokus genauere Ergebnisse bei der Auswertung der Reflektometriemessungen liefern. Eine Software-Unterstützung zur Korrektur der Reflektometrikurven würde den Arbeitsaufwand für die Auswertung reduzieren und damit das Arbeiten mit den Reflektometriemessungen ebenfalls verbessern.

Die Ausweitung der Messungen von Rockingkurven wäre sinnvoll, da bei weiteren Optimierungen der *NiSiAl*- bzw. *NiSiGa*-Schichten Signale größerer Intensität erwartet werden. Eine Auswertung von Rockingkurven ermöglicht einen größeren Einblick in die Verspannungen der *NiSiAl*- bzw. *NiSiGa*-Schichten. Mit den Messungen der Rockingkurven wurde unter anderem noch nicht begonnen, da noch keine Programme zur Auswertung angeschafft wurden.

## 7. Referenzen

- [Ric03, 1] K.W. Richter, „NiSi<sub>1,74</sub>Al<sub>0,26</sub> and NiSi<sub>1,83</sub>Ga<sub>0,17</sub>: Two materials with perfect lattice match to Si”, Applied Physics Letters, Vol. 83, No. 3, P. 497, 2003
- [Kri94, 2] H. Krischner, „Röntgenstrukturanalyse und Rietveldmethode“, Vieweg, 1994, ISBN: 3-528-48324-5
- [Wei79, 3] Ch. Weißmantel, „Grundlagen der Festkörperphysik“, Springer, 1979, ISBN: 3-540-09072-X
- [Kit89, 4] Ch. Kittel, „Einführung in die Festkörperphysik“, Oldenbourg, 1989, ISBN: 3-486-21416-0
- [Lif99, 5] E. Lifshin, „X-ray Characterization of Materials“, WILEY-VCH, 1999, ISBN: 3-527-29657-3
- [Nef62, 6] H. Neff, „Grundlagen und Anwendung der Röntgen-Feinstruktur-Analyse“, Oldenbourg, 1962
- [Bru99, 7] Th. Brückel, „Streumethoden zur Untersuchung von Dünnschichtsystemen“, Schriften des Forschungszentrums Jülich, 1999
- [Tol99, 8] M. Tolan, „X-Ray scattering from soft-matter thin films“, Springer, 1999, ISBN: 3-540-65182-9
- [Poh04, 9] Dr. A. Pohlers, TU-Chemnitz, "persönliche Korrespondenz" , 2004
- [Par54, 10] L. G. Parratt, „Surface Studies of Solids by Total Reflection of X-Rays“, Physical Review, Vol. 95, No. 2, 1954
- [Bra99, 11] Ch. Braun, „Parratt32: The manual" , 1999
- [Ehr96, 12] A. Ehrlich, „Komplexe röntgenographische Analyse dünner Hartstoffschichten auf Chrombasis“, Shaker, 1996, ISBN: 3-8265-1527-7
- [Men, 13] S. Menteşe, „Atomic Dynamics of Nanocrystalline Materials“, Dissertationsarbeit, 2002
- [Lan86, 14] J. I. Langford, „Applications of Total Pattern Fitting to a Study of Crystallite Size and Strain in Zinc Oxide Powder“, Powder Diffraction, Vol.1, No. 3, 1986
- [Klu54, 15] A. Klug, „X-Ray diffraction procedures for polycrystalline and amorphous materials" , Wiley, 1954
- [How90, 16] S. A. Howard, „Profile Fitting of Powder Diffraction Patterns“, Modern powder diffraction. Reviews in mineralogy, Vol. 20, 1990



- [Bal91, 17] C. Balasingh, „Diffraction Peak Broadening Studies in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Whisker) Composites, Powder Diffraction, Vol. 6, No. 1, 1991
- [DeK82, 18] Th. H. DeKeijser, „Use of the Voigt Function in a Single-Line Method for the Analysis of X-ray Diffraction Line Broadening“, Journal of Applied Crystallography, Vol. 15, P. 308-314, 1982
- [Wil49, 19] A. J. C. Wilson, „X-Ray Optics“, Methuen, London, 1949
- [Dop04, 20] M. Dopita, „X-ray Diffraction Measurements of Thin Films“, Konferenzen, 2004
- [Bow98, 21] D. K. Bowen, „High Resolution X-ray Diffractometry and Topography“, Padstow (UK), 1998, ISBN: 0-8506-6758-5
- [Keh03, 22] M. Kehr, „Optimierung des XRD 3000PTS für Diffraktometrie und Reflektometrie an dünnen Schichten“, Diplomarbeit, 2003
- [Gra04, 23] K. Graupner, „Untersuchungen zur Hochrateabscheidung harter DLC-Schichten“, Diplomarbeit, 2004
- [JCP97, 24] Kristallographische Datenbasis, „JCPDS – International Centre for Diffraction Data“, 1997
- [Had85, 25] H. F. Hadamovsky, „Werkstoffe der Halbleitertechnik“, VEB, 1985
- [Man98, 26] D. Mangelinck, „Effect of Co, Pt, and Au additions on the stability and epitaxy of NiSi<sub>2</sub> films on (111)Si“, Journal of applied Physics, Vol. 84, No. 5, 1998
- [Bed05, 27] Dr. G. Beddies, TU-Chemnitz, "persönliche Korrespondenz", 2005
- [Bud04, 28] L. Budzinski, „Untersuchung des Einflusses von Aluminium auf die Bildung von Nickelsilicidschichten“, Diplomarbeit, 2004
- [All02, 29] F. Allenstein, „LEED- und AES-Untersuchungen an Silicidschichten, Diplomarbeit, 2002

## Anhang

### Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2-1: EWALDKonstruktion.....	9
Abbildung 2-2: Schematische Darstellung zur Herleitung der BRAGG-Gleichung.....	11
Abbildung 2-3: Schematische Darstellung der Reflektometriekorrektur nach Tolan .....	17
Abbildung 2-4: Korrektur der Reflektometrie mit Hilfe der Linearapproximation.....	19
Abbildung 2-5: a) Symmetrischer Fall, b) Streifender Einfall, c) Streifender Ausfall .....	30
Abbildung 3-1: Schematischer Aufbau des Diffraktometers XRD 3000PTS .....	31
Abbildung 3-2: Veranschaulichung der BRAGG-BRENTANO-Geometrie.....	32
Abbildung 3-3: Schematischer Aufbau des Channel-Cuts.....	34
Abbildung 3-4: Spektralanalyse mit verschiedenen Röntgenoptiken .....	37
Abbildung 3-5: Darstellung der Unterschiede in den Korrekturmethode n .....	38
Abbildung 3-6: Reflektometriekurven in Abhängigkeit der Probenbreite.....	39
Abbildung 3-7: Nickeldisilizid-Elementarzelle.....	42
Abbildung 3-8: Silizium-Elementarzelle.....	42
Abbildung 4-1: XRD-Weitwinkelaufnahme der Probe CH 564 3/2 .....	48
Abbildung 4-2: XRD-Messung der (004)-Reflexe bei Probe CH 564 3/3 .....	49
Abbildung 4-3: XRD-Messung des (113)-Reflex bei Probe CH 579 1/3 .....	51
Abbildung 4-4 XRD-Messung des (331)-Reflex bei Probe CH 579 1/3 .....	51
Abbildung 4-5: TEM-Aufnahme des Querschnitts der Probe CH 564 3/3 .....	56
Abbildung 4-6: XRR-Auswertung der Probe M 879 4/5 .....	61
Abbildung 4-7: XRR-Messungen der Serie V .....	65
Abbildung 4-8: REM-Aufnahme der Oberfläche der Probe M 945.....	67
Abbildung 4-9: Messung der (113)- und der (311)-Ebene mittels Channel-Cut .....	70
Abbildung 4-10: XRR-Messungen der Serie VIII.....	71
Abbildung 4-11: Rockingkurve der Probe M 995.....	75
Abbildung 5-1: Ergebniss der Rotationsmessung an Beispielen.....	76
Abbildung 5-2: Probenserie I (tenäre Komponente Aluminium) .....	78
Abbildung 5-3: Veränderung der Gitterkonstante bei Serie III.....	79
Abbildung 5-4: Veränderung der Gitterkonstante innerhalb der Serie V und VII.....	79
Abbildung 5-5: Elektronendichte in Abhängigkeit der Temperatur .....	80
Abbildung 5-6: TEM-Aufnahme des Querschnitts der Probe CH 581 3/3 .....	81
Abbildung 5-7: Übergangsschichtdicke von Serie V.....	82
Abbildung 5-8: Korngröße der Proben der Serie IV .....	83
Abbildung 5-9: Korngröße der <i>NiSiGa</i> -Phase der Serie VI.....	83
Abbildung 5-10: Anhand von Profilanalyse ermittelte Korngröße .....	84

## Tabellenverzeichnis

Tabelle 2-1: Flächenhäufigkeitsfaktor für kubische Systeme.....	13
Tabelle 3-1: Auswirkung der Verkleinerung einer Probe auf die Reflektometriemessung .....	39
Tabelle 3-2: Vergleich der Mess- und Tabellenwerte eines Siliziumstandards.....	40
Tabelle 3-3: Parameter der Probenherstellung von Serie I .....	44
Tabelle 3-4: Parameter der Probenherstellung von Serie II.....	45
Tabelle 3-5: Herstellungsparameter der Serien III - V .....	46
Tabelle 3-6: Herstellungsparameter der Serien VI und VII.....	47
Tabelle 3-7: Parameter der Probenherstellung von Serie VIII .....	47
Tabelle 4-1: Beobachtete und berechnete Winkel bei Probe CH 570 3/3 .....	50
Tabelle 4-2: Beobachtete und berechnete Winkel bei Probe CH 570 3/3 .....	52
Tabelle 4-3: Beobachtete und berechnete Winkel bei Probe CH 579 1/3 .....	53
Tabelle 4-4: Beobachtete und berechnete Winkel bei Probe CH 580 3/3 .....	53
Tabelle 4-5: Beobachtete und berechnete Winkel bei Probe CH 581 3/3 .....	54
Tabelle 4-6: Beobachtete und berechnete Winkel bei Probe CH 597 3/2 .....	55
Tabelle 4-7: Beobachtete und berechnete Winkel bei Probe CH 598 3/2 .....	56
Tabelle 4-8: Ergebnisse der XRR-Auswertung der Serie I.....	57
Tabelle 4-9: XRR-Messungen an ungetemperten Proben.....	58
Tabelle 4-10: Ergebnisse der XRD-Messungen der Serie II .....	59
Tabelle 4-11: Ergebnisse der XRR-Auswertung der Serie II .....	59
Tabelle 4-12: Ergebnisse der XRD-Messungen der Serie III.....	60
Tabelle 4-13: Ergebnisse der XRR-Auswertung der Serie III.....	62
Tabelle 4-14: Ergebnisse der XRD-Messungen der Serie IV.....	63
Tabelle 4-15: Ergebnisse der XRR-Auswertung der Serie IV .....	63
Tabelle 4-16: Ergebnisse der XRD-Messungen der Serie V .....	64
Tabelle 4-17: Ergebnisse der XRR-Auswertung der Serie V.....	66
Tabelle 4-18: Ergebnisse der XRD-Messungen der Serie VI.....	67
Tabelle 4-19: Ergebnisse der XRR-Messungen der Serie VI.....	68
Tabelle 4-20: Ergebnisse der XRD-Messungen der Serie VII .....	68
Tabelle 4-21: Ergebnisse der XRR-Auswertung der Serie VII .....	69
Tabelle 4-22: Ergebnisse der XRD-Messungen der Serie VIII.....	70
Tabelle 4-23: Beobachtete und berechnete Winkel bei Probe M 995.....	71
Tabelle 4-24: Ergebnisse der XRR-Auswertung der Serie VIII.....	72
Tabelle 4-25: Ergebnisse der Profilanalyse von $\text{NiSi}_{2-x}\text{Al}_x$ -Proben .....	73
Tabelle 4-26: Ergebnisse der Profilanalyse von $\text{NiSi}_{2-x}\text{Ga}_x$ -Proben .....	74

## **Danksagung**

Hiermit möchte ich mich bei allen bedanken, die zum Zustandekommen dieser Arbeit beigetragen haben, insbesondere bei

Prof. W. Hoyer für die Bereitstellung des Diplomthemas und die vielen Hinweise zur Durchführung dieser Arbeit,

Dr. A. Pohlers für die Hinweise zur Reflektometrie und für die Betreuung am Beginn dieser Arbeit,

allen Mitarbeitern der Professur Röntgen- und Neutronendiffraktometrie, insbesondere M. Kehr für die vielen Hinweise im Umgang mit dem XRD 3000PTS,

Dr. G. Beddies und allen anderen Mitarbeitern der Professur Oberflächen- und Grenzflächenphysik für die Bereitstellung der Proben

und meinen Eltern für die Ermöglichung meines Studiums.

## **Eidesstattliche Erklärung**

Hiermit versichere ich, dass ich die vorliegende Diplomarbeit selbständig verfasst habe und ausschließlich die angegebenen Hilfsmittel und Quellen verwendet habe.

Chemnitz, den 25. Januar 2005

Marcus Milder